

Francisco Filipe Silva Góis

**Recobrimento Estético
de Próteses Parciais Removíveis
Estudo *in-vitro***

Porto, 2014



Francisco Filipe Silva Góis

Estudante do Mestrado em Reabilitação Oral da FMDUP

franciscofsgois@gmail.com

Recobrimento Estético de Próteses Parciais Removíveis Estudo *in-vitro*

Dissertação de candidatura ao grau de Mestre em Reabilitação Oral
apresentado à Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto

Orientador

João Carlos Antunes Sampaio Fernandes

Professor Catedrático da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto

Co-orientador

Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques

Investigador do Centro de Tecnologias Mecânicas e de Materiais (CT2M)

do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Minho

AGRADECIMENTOS

A elaboração deste trabalho científico e académico é o resultado do empenho de uma equipa de profissionais, com base na cooperação entre diversas instituições, serviços e laboratórios de investigação. No momento de finalização deste projeto não posso deixar de agradecer o apoio, o incentivo e a ajuda preciosa de um conjunto de pessoas que o tornaram possível.

Ao Prof. Doutor João Carlos Antunes Sampaio Fernandes, agradeço o estímulo para iniciar a investigação, todos os ensinamentos que me transmitiu e a amizade. Como orientador e com contributo essencial para esta tese, reconheço o rigor científico e agradeço todos os conselhos, sugestões e críticas colocadas ao longo de todo o processo.

Ao Prof. Doutor Eng. Filipe Samuel Silva, agradeço a partilha, receptividade e fácil integração no departamento por ele dirigido (DEM-UM). Pelos conhecimentos e disponibilidade para a resolução de problemas no decurso da investigação.

Ao Prof. Doutor Eng. Bruno Alexandre Castro Henriques, coorientador deste trabalho pelos seus conhecimentos, prontidão, apoio e incentivo.

À equipa do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Minho, particularmente aos técnicos Fernando Gomes de Araújo e Carlos Alberto Pereira Costa, agradeço todo o apoio e colaboração na execução laboratorial.

Ao Prof. Doutor Eng. Luís António da Cunha, do Departamento de Física da Universidade do Minho, pela disponibilidade, receptividade e colaboração nas análises de cor.

À Prof. Doutora Maria Helena Raposo, diretora do Laboratório de Metabolismo e Regeneração Óssea da FMDUP, e ao Prof. Doutor Pedro de Sousa Gomes em particular, agradeço o empenho e a disponibilidade na execução do estudo de citocompatibilidade.

À Ana Maria Ferreira de Sousa, do Serviço de Anatomia Dentária da FMDUP, agradeço a colaboração na observação macroscópica das amostras.

À Daniela Silva e ao Rui Rocha do Centro de Materiais da Universidade do Porto (CEMUP), agradeço o auxílio nas análises de microscopia electrónica de varrimento.

Ao Ricardo Vidal da Silva do Instituto de Engenharia Biomédica (INEB) da Universidade do Porto, agradeço a colaboração no estudo dos ângulos de contacto.

À Prof. Doutora Patrícia Fonseca, agradeço o auxílio prestado no tratamento estatístico dos dados e paciência.

Aos técnicos de prótese dentária, Mário Reis e Isabel Moura, agradeço a elaboração e confecção rigorosa das amostras.

Às casas comerciais portuguesas CIN e Procoat, agradeço o fornecimento de tintas em pó adequadas à investigação.

Aos meus familiares e amigos, agradeço o estímulo, o apoio e a paciência que demonstraram ao longo deste percurso académico.

Muito obrigado!

RESUMO

Introdução: As próteses parciais removíveis (PPR) são amplamente utilizadas em pacientes que necessitam de uma reabilitação oral. As funções das próteses devem ser aliadas a uma estética satisfatória. As estruturas metálicas envolvidas nas PPRs podem apresentar um problema estético, especialmente nos seus retentores mais usados, os ganchos. Várias técnicas de recobrimento destes ganchos foram aplicadas, mas com sucesso muito limitado. Foi sugerido o uso de tintas em pó resinosas para mascarar as estruturas metálicas.

Objetivos: Estudar o recobrimento electrostático de estruturas metálicas usadas em próteses parciais removíveis com recurso a tintas em pó (poliéster, híbridas e *epoxy*), testar a técnica de aplicação e caracterizar a união metal-tinta. Esta caracterização inclui a resistência mecânica, a resistência térmica, a tensão superficial, a estabilidade de cor, a rugosidade e a citocompatibilidade.

Materiais e Métodos: Utilizando uma liga de Cromo-Cobalto (Biosil® F) testou-se a aplicação e caracterizaram-se 4 tintas resinosas em pó (Megamix S400, CIN®, Maia, Portugal; MegaPrimer SP30, CIN®, Maia, Portugal; M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal; HotCoat Powder – 10100 Gloss White, Eastwood®, Pottstown, USA), em termos de rugosidade, espectrofotometria, tensão superficial, macro e microscopia. Testou-se, também, a citocompatibilidade através de culturas de fibroblastos humanos sobre a superfície pintada. Utilizando a tinta M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, efetuaram-se os mesmos testes, assim como testes de fadiga mecânica, antes e depois da termociclagem.

Resultados: A rugosidade, a espectrofotometria, o ângulo de contacto, a tensão superficial e as análises de macro e microscopia das superfícies pintadas mostraram bons e melhores resultados que a superfície metálica sem pintura ($p < 0.05$). As 4 tintas mostraram viabilidade e proliferação celular. A tinta M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat® não apresentou fraturas, apenas microfissuras e bossas após termociclagem. A rugosidade de superfície diminuiu com o recobrimento, tendo aumentado ligeiramente após termociclagem. A cor manteve-se a mesma, mas registou-se um aparecimento muito ligeiro de manchas amareladas.

Conclusões: O recobrimento com estas tintas sobre uma liga de cromo-cobalto jateada com óxido de alumínio parece ser uma técnica viável, sob o ponto de vista de biocompatibilidade e resistência mecânica permitindo mascarar o brilho metálico de uma estrutura metálica de uma prótese parcial removível.

Palavras-Chave: Recobrimento, tinta em pó, resina, cromo-cobalto, prótese dentária

ABSTRACT

Introduction: The removable partial dentures (RPD) are widely used in patients requiring an oral rehabilitation. The functions of the prosthesis should be allied to a satisfactory aesthetic. The metal structures involved in RPDs may present an aesthetic problem, especially in its most used retainers, clasps. Several covering techniques these clasps were applied, but with very limited success. The use of resinous paints powder was suggested to mask the metallic structures.

Objectives: To study the electrostatic coating of metal structures of a removable partial denture using powder coatings (polyester, epoxy and hybrid), test the technique and characterization of the union metal/paint. This characterization includes mechanical strength, thermal resistance, surface tension, colour stability, roughness and cytocompatibility evaluation.

Materials and Methods: Using a chromium-cobalt (Biosil® F) we tested the application and characterized 4 resinous powder inks (Megamix S400, CIN®, Maia, Portugal; MegaPrimer SP30, CIN®, Maia, Portugal; M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I ProCoat®, Maia, Portugal; HotCoat Powder - 10100 Gloss White, Eastwood®, Pottstown, USA), in terms of roughness, spectrophotometry, surface tension, macro and microscopy evaluation. It was also tested the cytocompatibility through human fibroblast cultures on the painted surfaces. Using the ink M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I ProCoat®, wich underwent the same tests, as well as mechanical fatigue test before and after thermal cycling.

Results: The roughness, spectrophotometry, contact angle, surface tension, macro and microscopic analysis of the coated surfaces showed good results, better than the unpainted metal surface ($p < 0.05$). The 4 paints showed cell viability and proliferation. The M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I ProCoat® ink showed no fractures, only some microfissures and some humps after thermal cycling. The surface roughness decreased with coating and slightly increased after thermal cycling. The colour remained the same, but there has been very slight appearance of yellowish spots. Cytocompatibility showed better results after thermal cycling.

Conclusions: The coating with these inks on a chrome-cobalt alloy sandblasted with aluminium oxide appears to be a biocompatible and mechanically feasible technique for masking the metallic lustre of a metallic structure of a partial denture.

Keywords: Coating, powder coatings, resins, chromium-cobalt, dental prosthesis.

ÍNDICE

1. Introdução	9
1.1. Objetivos	14
2. Material e Métodos	15
2.1. Preparação das amostras	15
2.2. Pintura das amostras	20
2.3. Desenho experimental das amostras	22
2.4. Avaliação sem envelhecimento	23
2.4.1. Macroscopia	23
2.4.2. Rugosidade	25
2.4.3. Ângulo de contacto, tensão superficial e molhabilidade	26
2.4.4. Espectrofotometria	28
2.4.5. Microscopia electrónica de varrimento (MEV).....	29
2.4.6. Citocompatibilidade	29
2.4.6.1. Cultura celular	30
2.4.6.2. Viabilidade e proliferação celular	31
2.4.6.3. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)	31
2.4.6.4. Expressão génica de marcadores fibroblásticos	31
2.5. Avaliação com envelhecimento	32
2.5.1. Termociclagem	32

2.5.2. Fadiga mecânica	33
2.5.3. Macroscopia	35
2.5.4. Rugosidade	35
2.5.5. Espectrofotometria	35
2.5.6. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)	35
2.5.7. Citocompatibilidade	35
2.6. Análise estatística	36
3. Resultados	37
3.1. Avaliação sem envelhecimento	38
3.1.1. Descrição das amostras	38
3.1.2. Macroscopia	43
3.1.3. Rugosidade	46
3.1.4. Espectrofotometria	48
3.1.5. Ângulo de contacto, tensão superficial e molhabilidade	51
3.1.6. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)	57
3.1.7. Citocompatibilidade	59
3.2. Avaliação com envelhecimento	64
3.2.1. Termociclagem	64
3.2.2. Fadiga mecânica	64
3.2.3. Macroscopia	65
3.2.4. Rugosidade	66

3.2.5. Espectrofotometria	67
3.2.6. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)	68
3.2.5. Citocompatibilidade	71
3.3. Comparação entre amostras envelhecidas e sem envelhecimento	74
3.3.1. Macroscopia	74
3.3.2. Rugosidade	75
3.3.3. Espectrofotometria	75
3.3.4. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)	77
4. Discussão	78
4.1. Escolha das amostras e das tintas	79
4.2. Rugosidade	80
4.3. Ângulo de contacto, tensão superficial e molhabilidade	81
4.4. Espectrofotometria	83
4.5. Envelhecimento	84
4.5.1. Termociclagem	84
4.5.2. Fadiga mecânica	85
4.6. Citocompatibilidade	86
4.7. Considerações finais	88
6. Conclusão	89
Bibliografia	92

1. INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

Uma prótese parcial removível (PPR) é uma prótese que substitui alguns dentes numa arcada dentária parcialmente desdentada, podendo ser removida e recolocada na boca pelo paciente.¹ Pode ter uma retenção mucosa, dentária, por implantes ou mista.¹ Apesar de ser um dos sistemas de reabilitação oral mais antigos, do aparecimento de outros sistemas e dos contínuos avanços tecnológicos, continua a ser amplamente utilizado a nível mundial em pacientes que necessitam de tratamento protético. Quando comparadas com outros tipos de prótese apresentam menor custo,² maior rapidez e facilidade de reparação, e ainda uma maior experiência e conhecimento dos procedimentos tanto por parte do clínico como dos técnicos de prótese.³

As PPRs têm como objetivo a restauração das funções orais como, a mastigação e o discurso; a preservação da saúde e da relação entre os dentes, e as estruturas orais e periorais; e a eliminação, tão extensa quanto possível, da patologia oral. Apesar de prevenirem movimentos dentários indesejados (inclinações e extrusões) e de distribuir melhor as cargas oclusais, podem transmitir forças excessivas aos dentes pilares (suporte dentários) e promover uma maior acumulação de placa bacteriana.^{4,5} Genericamente as próteses removíveis devem ser confortáveis e esteticamente agradáveis, mas não devem prejudicar a fonação nem as restantes funções do utilizador.³

Em oposição, as próteses dentárias fixas, apoiadas quer em dentes quer em implantes, são mais complexas e dispendiosas. Envolvem mais tempo clínico e laboratorial, maior rigor técnico e maior capacidade de higienização por parte do paciente. Apresentam também algumas limitações e, por isso, certos pacientes não são candidatos a este tipo de reabilitação.³ Limitações anatómicas e psicológicas, saúde oral e sistémica débil, medo dos procedimentos cirúrgicos dentários e baixos recursos financeiros, podem ser consideradas fatores que levem a não serem aconselhados tratamentos fixos.³

O sucesso das próteses dentárias depende de variados fatores. Por um lado é necessário que haja tolerância das estruturas osteo-mucosas, dento-periodontais e articulares;^{4,5} Por outro lado, a PPR deve ter boa retenção, bom suporte e boa estabilidade. Esta relação entre a prótese e as estruturas de suporte deve ser equilibrada especialmente durante a função.^{4,5}

Genericamente, as próteses removíveis podem ser acrílicas ou esqueléticas (Figura 1). As primeiras têm uma base totalmente acrílica e as segundas uma infraestrutura metálica. Nas próteses removíveis esqueléticas, o esqueleto é constituído por conectores (maior e menores), retentores (diretos e indiretos), apoios e selas. Os conectores fornecem principalmente rigidez à PPR, as selas sustentam os dentes a reabilitar, os retentores e os apoios impedem a separação e a rotação da prótese.^{4,5} Os retentores são elementos mecânicos de união entre a prótese e os dentes pilares. Podem ser indiretos, impedindo eixos de rotação (fulcros), e diretos, por fricção (intracoronários, por exemplo *attachments*) e por preensão (extracoronários, por exemplo ganchos). Os retentores mais utilizados são os ganchos, pela facilidade de execução e custo

reduzido. Os ganchos são constituídos por três elementos: braço retentivo, braço recíproco e apoio oclusal. O braço retentivo tem uma ponta elástica que se situa abaixo da linha do equador do dente (promovendo retenção), é passivo em repouso e opõe-se à desinserção da prótese em função; o braço recíproco opõe-se à ação do anterior, estabilizando os deslocamentos horizontais; o apoio oclusal evita o afundamento da PPR na mucosa.^{4,5}

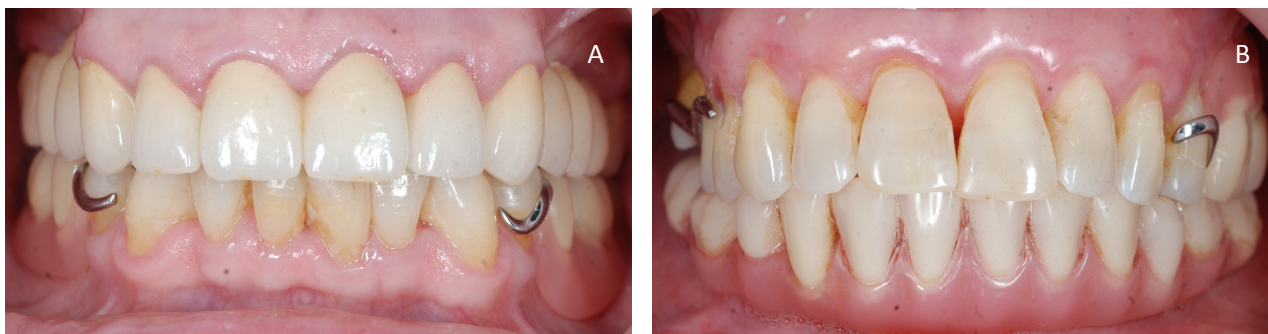


Figura 1 – Exposição de ganchos metálicos de prótese parcial removível esquelética; A – inferior; B – superior

Estas próteses não são rigidamente fixas e estão sujeitas a movimentos funcionais, que induzem tensões e deformações na estrutura metálica da prótese ao longo da sua utilização. Sendo que os retentores diretos são projetados e usados para controlar estes movimentos, a escolha dos elementos de retenção e o seu desenho individual exigem considerações biomecânicas.⁶

Apesar dos avanços tecnológicos e da descoberta de novos materiais, as ligas metálicas de titânio, ouro e cromo-cobalto continuam a ser as mais usadas e indicadas em PPR.^{2,6-9} Na Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto as ligas de cromo-cobalto são as mais utilizadas. No entanto, o seu brilho metálico inestético é um aspecto que importa minimizar (Figura 1 e 2).



Figura 2 – Exposição de ganchos durante o sorriso; A – visão frontal; B – visão lateral

Alguns estudos clínicos mostraram que cerca de metade das próteses são substituídas após cinco a seis anos, sendo a perda de retenção a primeira complicação significativa.^{2,6,7} A fadiga, que é a perda de propriedades mecânicas do material depois de cargas repetidas,⁹ conduz à perda de

retenção.¹⁰ Sabe-se ainda que a força de retenção ideal é de 5N,¹⁰ mas poucos estudos abordam a influência dos ganchos na retenção das PPRs.¹⁰

Tanto a função mastigatória como a estética devem ser consideradas no plano de tratamento envolvendo uma prótese removível. É irrealista assumir que restabelecendo a função mastigatória os pacientes toleram uma estética desfavorável.¹¹ Nos últimos anos algumas alternativas estéticas foram descritas, tais como PPRs com eixo de inserção rotacional, ausência de abas ou flancos vestibulares, ganchos proximais e palatinos, utilização de retentores adesivos extra-coronários (compósitos), camuflagem de componentes metálicos (incorporação de cerâmicas,³ de resinas acetálicas¹² e de nylon³), entre outras (Figura 3). Tanto o nylon, como as resinas acetálicas e as cerâmicas foram introduzidas para uso sobre conectores, apoios, ganchos e pilares dentários. As próteses flexíveis, surgem como uma opção a estes componentes inestéticos e embora sejam úteis em certos casos, as suas limitações e problemas não satisfazem inteiramente a prática clínica.¹³ Uma outra alternativa aos componentes inestéticos das PPRs é o recurso a sobredentaduras que, embora apresentem resultados mais satisfatórios, tornam as reabilitações mais complexas e mais dispendiosas (Figura 4).³

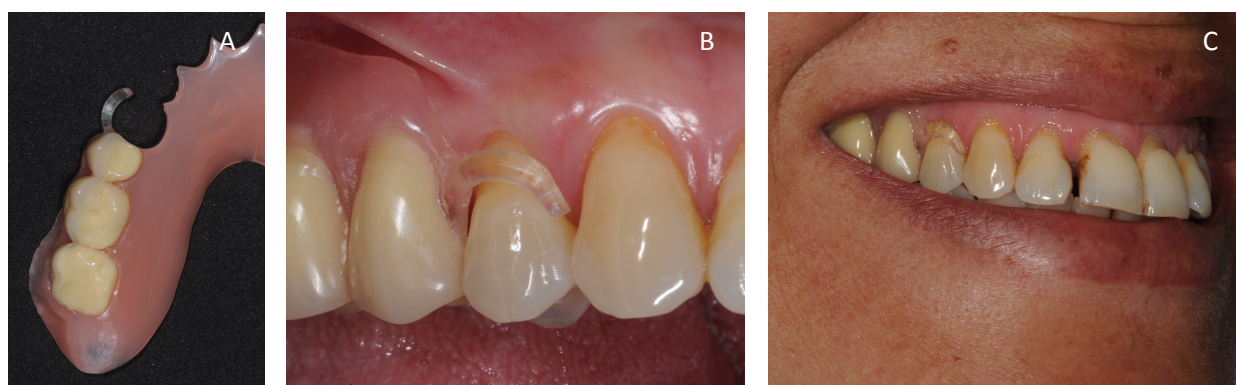


Figura 3 – Prótese parcial removível com gancho estético

A – Prótese com gancho estético (14); B – Prótese em boca; C – Foto de sorriso



Figura 4 – Sobredentadura parcial

A – Sistema de retenção por implante 44; B – Prótese em boca; C – Sistema de retenção por implante 24

Há poucos estudos sobre recobrimento estético das estruturas metálicas das PPRs. As alternativas que surgiram (nylon, resinas acetálicas e cerâmicas) falham muito precocemente por fratura completa ou coesiva (*chipping*)³ e podem implicar a substituição do material base. Diferentes flexibilidades, módulos de elasticidade e coeficientes de expansão térmica, juntamente com baixas forças retentivas/adesivas entre o material estético e a liga metálica protética podem contribuir para estas falhas.³ Também as condições orais adversas, como a presença de saliva, o tipo de alimentação, as parafunções e outras, podem influenciar estes componentes das PPRs.

Apenas um estudo, realizado em 2012, sugere a aplicação de tintas *epoxy* sobre esqueletos de próteses dentárias. Nascimento *et al.* estudaram a rugosidade de superfície de amostras com e sem termociclagem e obtiveram resultados promissores.³

As tintas resinosas industriais, usadas para revestimento de máquinas e equipamentos, apresentam ótimas e exclusivas características estéticas e protetoras, relativamente à resistência física e química.^{3,14-18} Podem apresentar-se em líquido ou em pó¹⁹ e com variadas hipóteses de aplicação,^{14-17,20} quer em substratos metálicos quer em não metálicos.¹⁸ As tintas em pó, termoplásticas ou termoconvertíveis,¹⁸ permitem um acabamento a seco²¹ e têm tido um sucesso e popularidade comercial ascendente, sendo alvo de diversos estudos.^{14-17,20} São o resultado das exigências para um alto desempenho e para uma conformidade ambiental, sendo consideradas “amigas do ambiente” pois pouco material é desperdiçado e apresentam pouca ou nenhuma matéria orgânica volátil (solventes), diminuindo a emissão de resíduos perigosos^{14,17,18,21,22} e economizando energia na sua aplicação^{14-18,21} e manutenção.²² Apesar de serem necessárias temperaturas mais elevadas para a cura,¹⁵ a ausência destes solventes anula a necessidade de um forno com um sistema de ventilação,¹⁵ de métodos de tratamento e eliminação.^{18,21,22} Além destas vantagens, têm reduzido tempo de secagem²¹ e permitem a obtenção de camadas finas de tinta.^{14-17,19,21} A espessura da tinta pode variar de dezenas a centenas de micrómetros.¹⁸ Estas características tornam este sistema de pintura muito competitivo em relação a outras tintas convencionais.²¹

As tintas em pó são constituídas por 55% de resina base, 40% de pigmentos, 4.5% de aditivos e 0.5% de agente de cura.^{19,21} A resina é o constituinte predominante e o que mais caracteriza a tinta, determinando as suas propriedades físicas e químicas.¹⁹ As principais famílias químicas utilizadas são: poliésteres, *epoxy*, poliacrílicos e híbridos.^{14,21} Entre as tintas *epoxy* existem resinas de variadas famílias, como por exemplo, amina, poliamida, amidoamina, fenólicas, siloxano, ésteres.²³ Particularmente, as resinas da família das poliamidas apresentam elevada resiliência e flexibilidade, excelente adesão e resistência à solubilidade em meios ácidos, básicos e aquosos. Apesar destas excelentes características as tintas poliésteres, derivadas de poliácidos e poliálcoois, apresentam, relativamente às tintas *epoxy*, melhores resultados a nível de estabilidade de cor,¹⁹ durabilidade e resistência aos raios ultravioleta.²¹ As tintas *epoxy* ao serem expostas a raios ultravioleta podem amareecer, sendo a principal desvantagem deste tipo de tintas.²² Consequente as tintas poliésteres são mais adequadas para um uso exterior e as tintas *epoxy* para um uso interior.²¹ De forma a beneficiar das características de ambas e através da junção destas resinas (*epoxy* e poliésteres)

surgiram as tintas híbridas,¹⁹ que resultam num sistema bastante eficiente, promovendo uma pintura muito lisa e com adequadas características mecânicas e de adesão.²²

As tintas em pó são aplicadas através de meios electrostáticos, baseando-se no princípio de que as partículas de tinta e o substrato a ser pintado tenham diferentes correntes elétricas.^{3,18,22} Deste modo, são aplicadas com recurso a equipamento próprio para pulverizar a tinta (jateamento a baixa pressão), sendo depois necessário colocar no forno.^{3,14-22} A temperatura a que é exposta no forno permite, inicialmente, amolecer e fundir o pó e, em seguida, curar ou polimerizar^{16,18,21} criando uma estrutura reticulada, que proporciona alta qualidade e acabamento duradouro.²¹ A durabilidade e o uso deste tipo de pintura dependem da formulação da tinta e do processo de cura.^{18,21} A temperatura ideal para cada tipo de tinta tem sido estudada,^{14-17,21} pois afecta a despesa energética e as propriedades das tintas, como dureza, flexibilidade, resistência e estética.^{14-18,21} É sabido que esta temperatura deve rondar os 200°C, que a exposição a uma temperatura superior a 250°C deve ser evitada pois pode provocar a oxidação da tinta.²¹

Para que esta pintura seja viável, segura e para aplicação clínica, é necessário que a tinta seja biocompatível, parâmetro que pode ser estudado *in-vitro* e *in-vivo*.^{24,15,26,27} As próteses dentárias, apesar de não serem implantadas no corpo humano, estão em contacto direto com os tecidos orais (mucosa, gengiva e dentes), nomeadamente com os fibroblastos gengivais e os queratinócitos orais. Os estudos devem simular condições de envelhecimento oral,^{28,29,30,31,32} pelo que devem ser utilizados saliva artificial e métodos de termociclagem. A resistência mecânica,^{2,9,31} a rugosidade,^{3,34,35} a tensão superficial^{36,37,38} e a estabilidade da cor^{39,40,41} são outras características necessárias para a avaliação de um material.

Existem poucos estudos sobre ganchos de prótese parcial removível e muito poucos abordam possíveis técnicas de recobrimento destes componentes. Este trabalho pretende contribuir para um maior conhecimento biomecânico de ganchos e de uma técnica de recobrimento pouco estudada.

1.1. Objetivos

Os objetivos desta investigação são estudar o recobrimento electrostático de estruturas metálicas usadas em próteses parciais removíveis com recurso a tintas em pó (poliéster, híbridas e *epoxy*), testar a técnica de aplicação e caracterizar a união metal-tinta. Esta caracterização inclui a resistência mecânica, a resistência química, a tensão superficial, a estabilidade de cor, a rugosidade e a citocompatibilidade.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2. MATERIAL E MÉTODOS

A investigação foi realizada na Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto (FMDUP) e no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Minho (DEM-UM). Para além destas instituições e de acordo com o estudo, foi pedida a colaboração de outros laboratórios de ambas as universidades.

2.1. Preparação das amostras

Com recurso a uma liga de cromo-cobalto (Biosil® F, Degussa Dental, Krefeld, Germany), constituída por 64.8% Cobalto (Co), 28.5% Crómio (Cr), 5.3% Molibdénio (Mo), 0.5% Silício (Si), 0.5% Manganésio (Mn) e 0.4% Carbono (C), foram produzidas 240 amostras com duas formas diferentes (Figuras 5 e 6):

A - Forma quadrangular aplanada, 15x15mm, espessura 1mm (n=230);

B - Forma de gancho reto com secção meia-redonda, comprimento 35mm, uma base com secção triangular 2.5x2.5mm, e uma ponta 0.5x0.5mm (n=70).

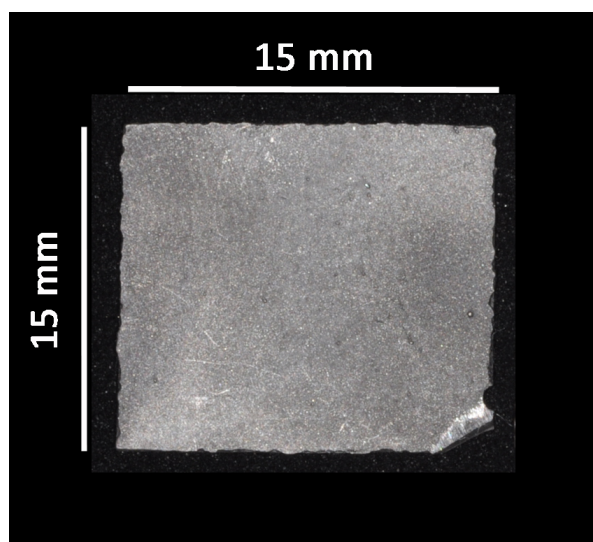


Figura 5 – Forma e dimensões das amostras tipo A

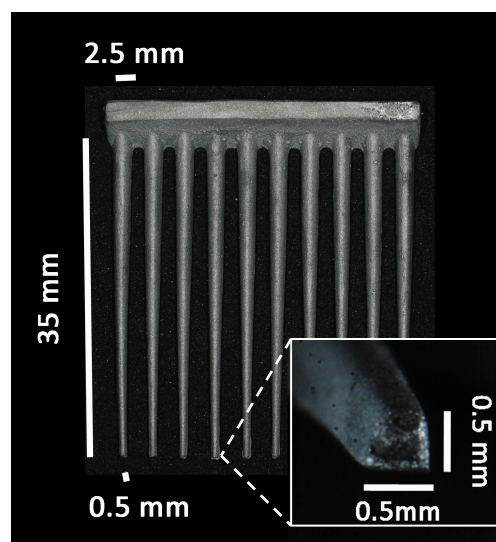


Figura 6 – Forma e dimensões das amostras tipo B

Tal como nos procedimentos laboratorial do esqueleto protético, foi necessário fazer o enceramento das amostras previamente. Nas amostras A foi utilizada uma placa de cera com 0.5mm de espessura (cera de colado lisa, Schmidt Line, Espanha) dobrada, de forma a obter a espessura pretendida de 1mm. Nas amostras B foi usada outra cera preformada (Rapid-flex, Degussa AG, Hanau, Alemanha) para enceramento de ganchos circunferenciais. O processo de fundição seguiu as instruções do fabricante da liga metálica utilizada.

O metal foi colocado no forno (K9, Manfredi, Torino, Italy) à temperatura inicial de 20°C (T1), e com aumentos de 20°C por minuto, atingiu 250°C (T2) após 12.5 minutos e 930°C após mais 34 minutos (T3 – temperatura final). De seguida, foi transferido para a máquina de indução elétrica (DS1, Seit Elettronica, Itália) quando esta atingiu a temperatura recomendada (1320 - 1380°C), ativando-se a centrifugação e promovendo a injeção do metal sob pressão negativa.

Após arrefecimento das amostras, foi aplicado um jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3) de 110 μm (Korox®110, Bego®) com uma pressão de 0.5MPa (5bar), durante 30 segundos. As Figuras 7 e 8 ilustram as amostras antes e depois de ser aplicado este tratamento de superfície.

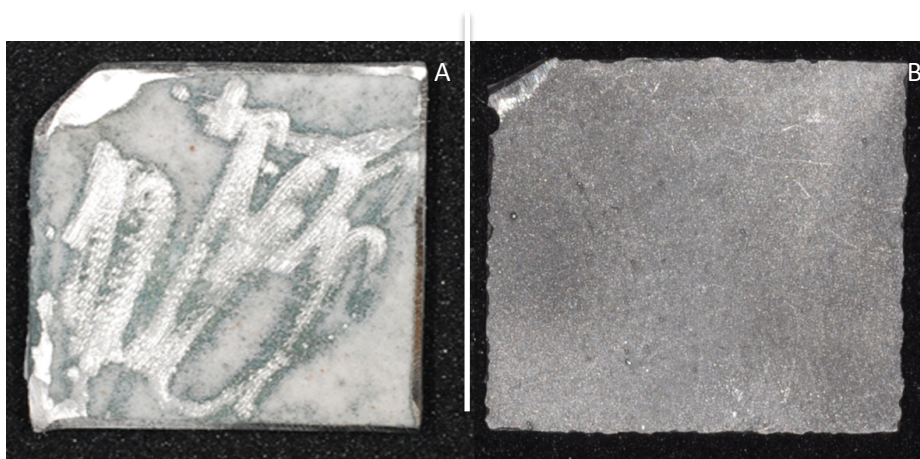


Figura 7 – Amostra tipo A – Antes (A) e depois (B) do jateamento com óxido de alumínio

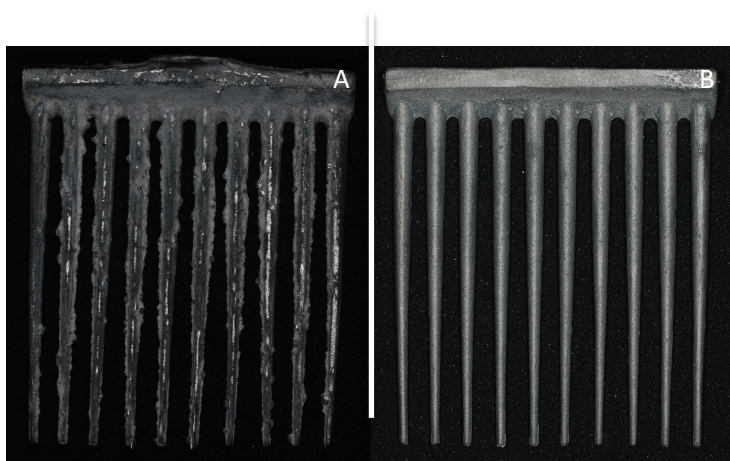


Figura 8 – Amostras tipos B – Antes (A) e depois (B) do jateamento com óxido de alumínio

Para garantir a uniformidade, as amostras foram sujeitas a um controlo visual e radiográfico para detecção de defeitos e porosidades. As Figuras 9 e 10 mostram exemplos de imagens radiográficas.

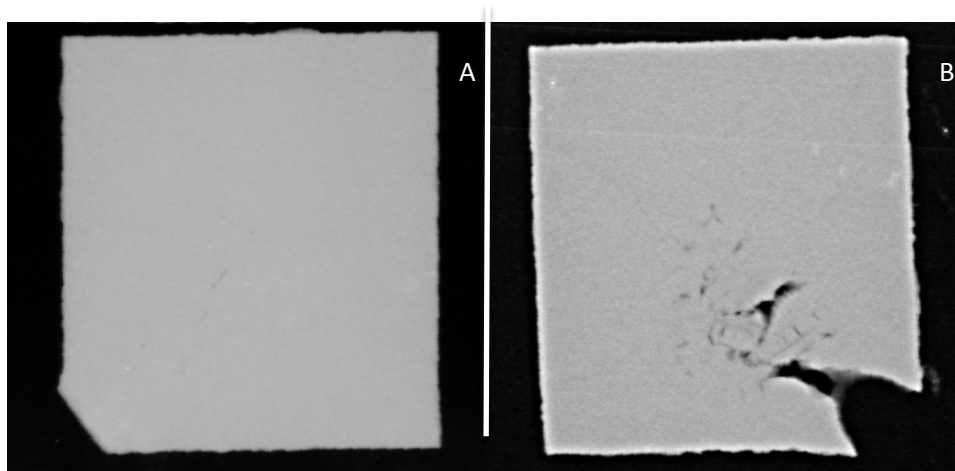


Figura 9 – Radiografia da amostra tipo A – incluída (A) e excluída (B)



Figura 10 – Radiografia de amostras tipo B – incluída (A) e excluída (B)

Para controlo dimensional, 40 amostras tipo A (Tabela 1) e 10 amostras tipo B (Tabela 2) foram escolhidas aleatoriamente e avaliadas com um micrómetro digital (NSK Digitrix MK II, Japan Micrometer Ltd, Osaka, Japan). Estes controlos foram feitos por um só operador.

Nas amostras A mediu-se o comprimento, a largura, a espessura de cada amostra seleccionada, o que permitiu determinar as dimensões médias destas: comprimento médio de 15.28mm (dp: 0.58), largura média de 15.23mm (dp: 0.67) e espessura média de 1.13mm (dp: 0.11).

Tabela 1 – Dimensões das amostras A

Tipo	Amostra	Largura (mm)	Comprimento (mm)	Espessura (mm)
A	1	14.93	14.40	1.05
	2	15.30	14.94	1.06
	3	14.73	15.23	1.15
	4	15.49	15.56	1.32
	5	15.86	15.11	1.39
	6	15.02	16.15	1.04
	7	15.54	14.81	1.31
	8	15.30	15.11	1.19
	9	15.14	14.67	1.15
	10	14.96	14.83	1.25
	11	14.95	15.86	1.16
	12	14.71	15.08	1.18
	13	14.43	15.00	1.08
	14	14.94	14.75	1.14
	15	14.73	15.56	1.15
	16	14.82	15.41	1.12
	17	16.18	15.27	1.21
	18	15.08	15.04	1.18
	19	16.00	15.26	1.35
	20	14.98	14.51	1.20
	21	15.75	15.19	1.21
	22	14.81	15.20	1.04
	23	14.25	17.33	1.08
	24	17.73	14.74	1.07
	25	16.76	15.42	0.87
	26	15.73	14.94	1.08
	27	15.25	14.54	1.20
	28	15.11	15.30	1.13
	29	15.95	15.41	1.10
	30	15.40	15.51	1.12
	31	15.18	13.98	1.04
	32	15.20	16.26	1.08
	33	14.69	15.63	1.07
	34	15.50	15.25	1.14
	35	14.76	15.17	0.96
	36	14.42	14.86	1.05
	37	15.83	15.84	1.02
	38	15.55	14.75	1.19
	39	14.42	15.87	0.98
	40	15.94	15.26	0.99
	Média	15.28	15.23	1.13

Nas amostras B foram medidas as larguras da ponta, do meio e da base das amostras. Devido ao número reduzido de amostras B, foram feitas três leituras. O controlo dimensional das amostras B permitiu determinar a largura média nas três áreas ilustradas na Figura 11: ponta 0.8mm (dp: 0.04), meio 1.31mm (dp: 0.03) e base 2.48mm (dp: 0.15).

Tabela 2 – Dimensões das amostras B

Amostra		Largura - Leitura 1 (mm)			Largura - Leitura 2 (mm)			Largura - Leitura 3 (mm)		
Tipo	Amostra	Ponta	Meio	Base	Ponta	Meio	Base	Ponta	Meio	Base
B	1	0.84	1.27	2.24	0.81	1.26	2.24	0.77	1.27	2.28
	2	0.82	1.29	2.49	0.76	1.26	2.39	0.79	1.29	2.44
	3	0.80	1.28	2.27	0.83	1.28	2.28	0.86	1.30	2.36
	4	0.83	1.31	2.46	0.72	1.30	2.39	0.79	1.31	2.43
	5	0.81	1.34	2.44	0.76	1.34	2.41	0.79	1.34	2.46
	6	0.86	1.35	2.70	0.78	1.36	2.69	0.80	1.38	2.73
	7	0.85	1.32	2.71	0.82	1.32	2.75	0.84	1.33	2.71
	8	0.88	1.28	2.46	0.77	1.28	2.50	0.79	1.31	2.49
	9	0.80	1.32	2.61	0.72	1.32	2.54	0.77	1.33	2.56
	10	0.83	1.32	2.43	0.77	1.30	2.45	0.80	1.31	2.43
Média								0.80	1.31	2.48

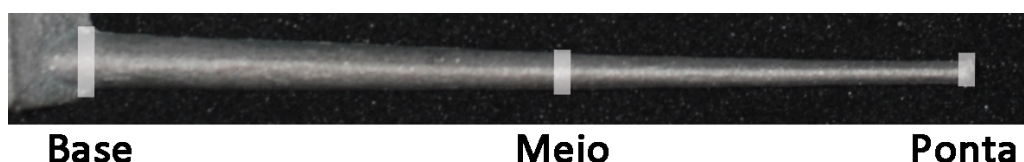


Figura 11 – Áreas de medição da largura das amostras tipo B

2.2. Pintura das amostras

O recobrimento estético das amostras do tipo A foi feito, nas duas faces, utilizando 4 tintas industriais em pó:

- Tinta 1 – HotCoat Powder - 10100 Gloss White, Eastwood®, Pottstown, USA (Eastwood);
- Tinta 2 – Megamix S400, CIN®, Maia, Portugal (Megamix);
- Tinta 3 – M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal (Procoat);
- Tinta 4 – MegaPrimer SP30, CIN®, Maia, Portugal (Megaprimer).

A tinta 1 é poliéster, as tintas 2 e 3 são híbridas (*epoxy*-poliéster), e a tinta 4 é *epoxy*. A tinta 1 apresenta uma cor branca (RAL9010), as tintas 2 e 3 apresentam uma cor bege (RAL9001) e a tinta 4 apresenta uma cor cinzenta (RAL7004).

As amostras do tipo B foram recobertas, apenas na face redonda, utilizando a tinta 3 (M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal).

Previamente à pintura, as amostras foram ligadas por fios condutores metálicos, limpas em ultrassons (Axtor, Lavango), mergulhadas em álcool durante 3 minutos num *gobelé*, e depois secas.

Foi utilizado o equipamento Eastwood's HotCoat® Powder Coating System, contendo a pistola (Model 10198 HotCoatTM Powder Coating Gun) e o transformador (HotCoat™ Power Supply) para fornecer a carga elétrica (50 a 90Kv), adicionando-se um compressor de ar.

A aplicação da tinta foi feita numa cabine fechada com ventilação (*hotte*), a baixa pressão (0,5 Bar), estando as amostras carregadas com carga elétrica positiva e a tinta com carga negativa. Deste modo respeitam-se os princípios de atração electromagnética. A tinta foi aplicada a 20cm de distância durante 10-15 segundos. Na Figura 12 é possível ver as amostras do tipo A após a aplicação da tinta.



Figura 12 – Amostras A após aplicação da tinta

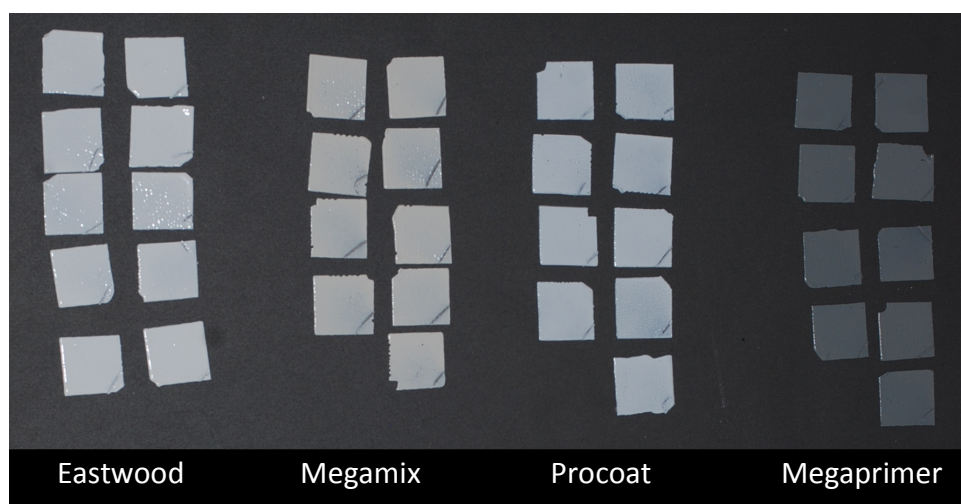


Figura 13 – Amostras A após pintura, agrupadas segundo o tipo de tinta (1 a 4)

Após a aplicação da tinta, as amostras foram colocadas num forno para que a polimerização fosse estabelecida, consoante as instruções do fabricante: tinta 1 a 234°C durante 5 minutos e a 204°C durante 20 minutos; tinta 2 a 165°C durante 10 minutos; tinta 3 a 180°C durante 20 minutos; tinta 4 a 180°C durante 10 minutos. Na Figura 13 são apresentadas as amostras A, depois da polimerização.

Posteriormente à pintura, as amostras foram novamente sujeitas a uma avaliação dimensional com o mesmo micrómetro digital.

2.3. Desenho experimental das amostras

O presente estudo pretende avaliar os materiais em duas condições:

- Sem envelhecimento, nas quatro tintas já referidas;
- Com envelhecimento, na tinta Procoat.

No planeamento do trabalho as amostras A e B foram divididas segundo o envelhecimento e o tratamento superficial (Tabela 3). Para execução deste trabalho, perspectivou-se a utilização de 230 amostras tipo A e 70 amostras tipo B.

Tabela 3 – Desenho experimental das amostras

Envelhecimento			Tinta	Amostras		
				Tipo	Grupo	Número
Não			Sem pintura	A	I	40
			Eastwood	A	II	40
				B	IV	10
			Megamix	A	II	40
				B	IV	10
			Procoat	A	II	40
				B	IV	10
			Megaprimer	A	II	40
				B	IV	10
Sim	Termociclagem	Fadiga mecânica				
	Não	Sim	Sem pintura	B	I	10
	Sim	Não	Procoat	A	III	30
	Não	Sim		B	II	10
	Sim	Sim		B	III	10

2.4. Avaliação sem envelhecimento

Na avaliação sem envelhecimento foram estudadas as quatro tintas:

- Eastwood – HotCoat Powder - 10100 Gloss White, Eastwood®, Pottstown, USA;
- Megamix – Megamix S400, CIN®, Maia, Portugal;
- Procoat – M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal;
- Megaprimer – MegaPrimer SP30, CIN®, Maia, Portugal.

2.4.1. Macroscopia

A macroscopia foi realizada no Departamento de Anatomia Dentária da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto. De um conjunto de dez amostras foram escolhidas aleatoriamente para observação cinco amostras tipo B de cada tinta (grupo B-IV) e cinco amostras não pintadas (B-I – antes do envelhecimento mecânico). Previamente, foram limpas com álcool e secas. A observação foi feita por um operador com as ampliações de 6.3x, 12.5x e 25x.

O equipamento utilizado foi o Makroskop M420 (Wild®, Heerbrugg, Suíça) ilustrado na Figura 14. As imagens digitais foram obtidas com a câmara do equipamento (Leica® - Makrozoom, Wetzlar, Alemanha) utilizando o software fornecido (Leica®- Microsystems Leica Application Suite, Wetzlar, Alemanha).

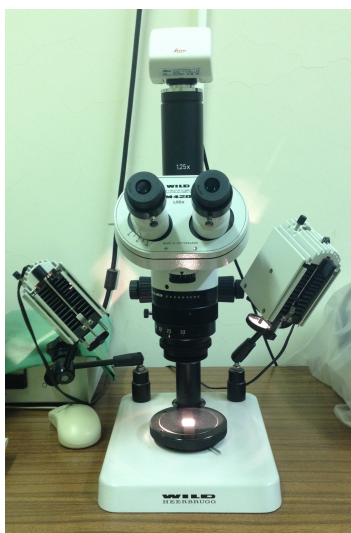


Figura 14 – Macroscopia - Makroskop M420, Wild®, Suíça (FMDUP)

A área de observação ilustrada na Figura 15, divide-se em base, meio e ponta. Os parâmetros avaliados foram a presença de fissuras (Figura 16), defeitos da liga (depressões e saliências – Figura 17), ausência de tinta (Figura 18), defeitos de tinta (depressões e saliências) e manchas (Figura 19).

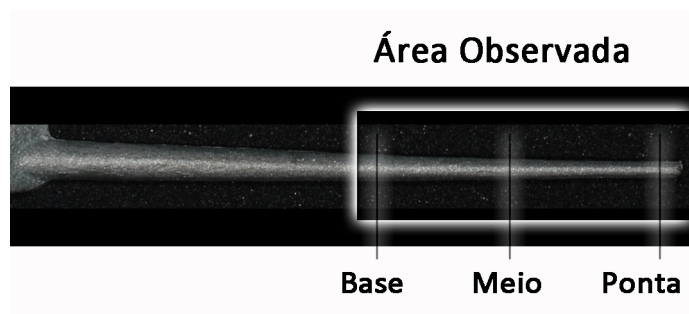


Figura 15 – Área e pontos observados das amostras B

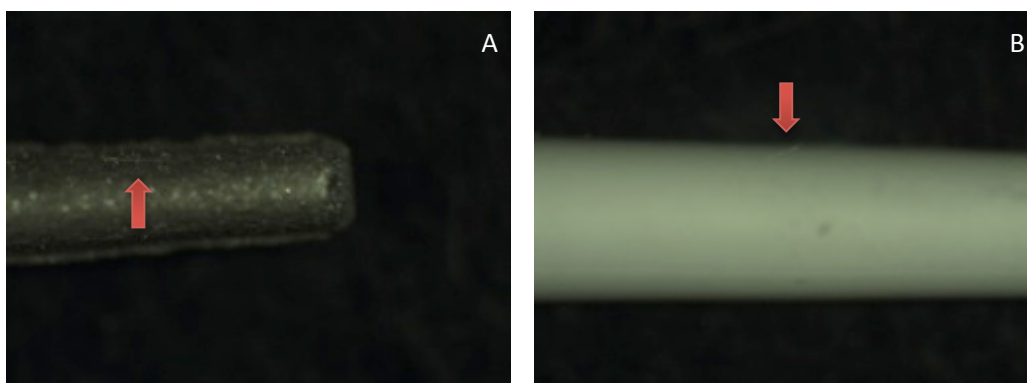


Figura 16 – Fissuras em amostras B; A – Amostra não pintada (↑); B – Amostra pintada (↓)

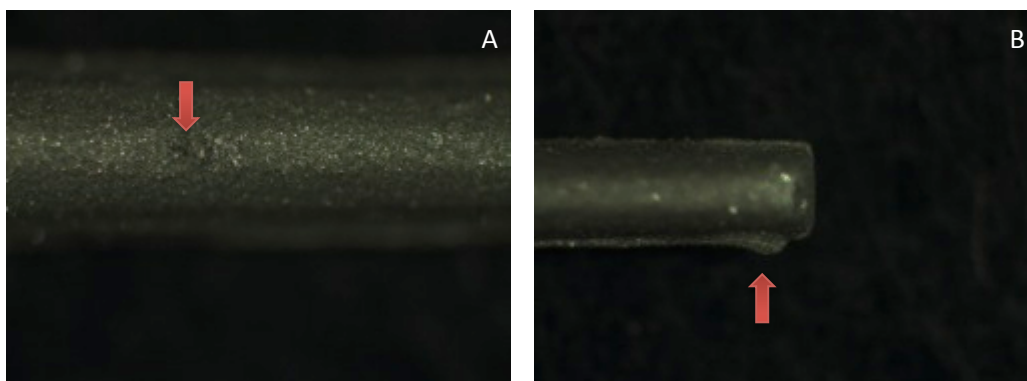


Figura 17 – Defeitos de liga em amostras B; A – Depressão (↓); B – Saliência (↑)

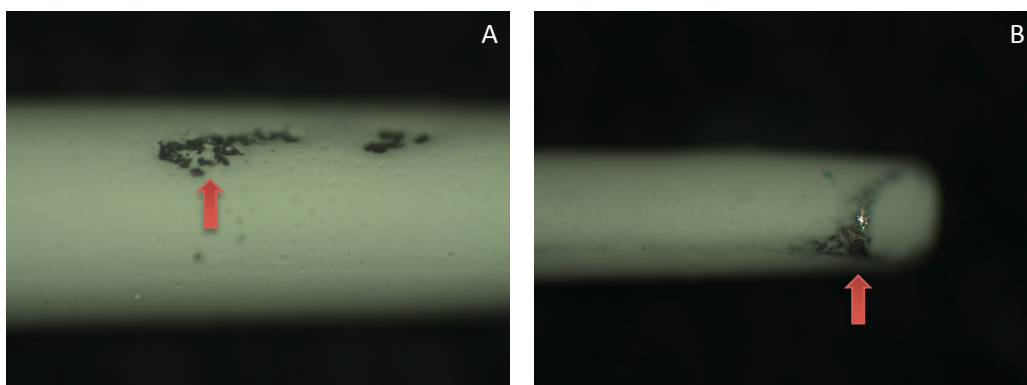


Figura 18 – Ausências de tinta em amostras B (↑); A – Base; B – Ponta

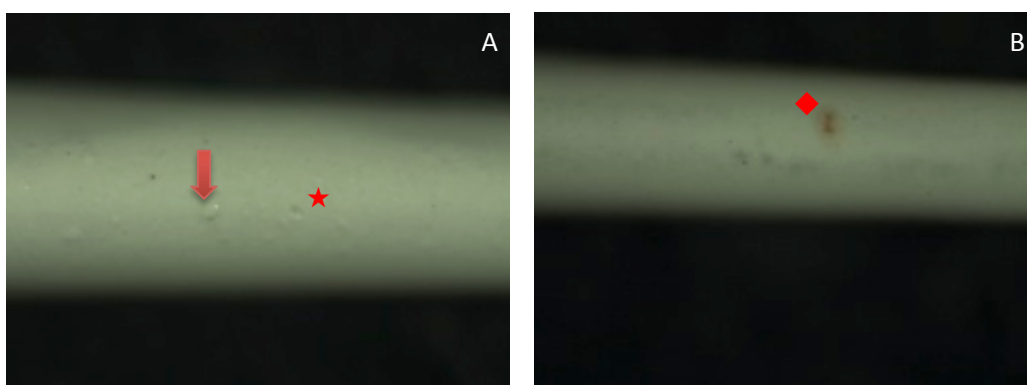


Figura 19 – Defeitos de tinta e manchas; A – Saliência (↓) e depressão (★); B – Mancha (◆)

2.4.2. Rugosidade

A rugosidade de superfície foi verificada sobre quarenta e cinco amostras tipo A escolhidas aleatoriamente (nove amostras não pintadas, grupo A-I, e trinta e seis amostras pintadas, grupo A-II – nove de cada tinta). As amostras foram limpas com álcool, utilizando um ultrassom durante três minutos, e depois secas. Repousaram durante vinte e quatro horas em ambiente com temperatura controlada, próprio para estabilização dimensional.

Foram testadas utilizando um rugosímetro (Perth-o-meter S5P, Mahr Perthen, Göttingen, Alemanha – Figura 20), a uma velocidade de 0.5-0.8mm/seg e com um comprimento de palpação de 4.8 mm. Os parâmetros utilizados foram a rugosidade média (Ra - rugosidade média aritmética de todos os valores do perfil de rugosidade sobre o comprimento de avaliação) e a rugosidade

máxima (R_{max} – valor máximo de rugosidade isolada no interior do comprimento de avaliação).^{3,34,35}



Figura 20 – Rugosímetro utilizado - Perth-o-meter S5P, Mahr Perthen (UM)

2.4.3. Ângulo de contacto, tensão superficial, molhabilidade

A medição do ângulo de contacto dos líquidos foi realizada no Instituto de Engenharia Biomédica (INEB) sobre cinquenta amostras tipo A escolhidas aleatoriamente (dez amostras não pintadas, grupo A-I, e quarenta amostras pintadas, grupo A-II – dez de cada tinta) utilizando o método de gota séssil Laplace-Young.³⁸ Previamente ao teste, as amostras foram limpas com álcool, utilizando um ultrassom durante três minutos, e depois secas. Repousaram durante vinte e quatro horas em ambiente próprio para estabilizarem.

O equipamento usado foi o goniómetro OCA 15 – Optical Contact Angle, Dataphysics, Filderstadt, Alemanha (Figura 21) que através do software fornecido (SCA 20, Dataphysics, Filderstadt, Alemanha) permitiu a determinação do ângulo de contacto e das imagens dos ensaios (Figura 22). Foram utilizados três líquidos, a uma temperatura de 25°C, com a seguinte quantidade por gota:

- Água destilada – 4µL;
- Glicerol – 8µL;
- Diiodometano – 2µL.

A energia de superfície (tensão superficial) foi determinada a partir dos ângulos de contacto médios para cada um dos três líquidos anteriormente referidos, utilizando o método de Owens-Wendt-Rabel and Kaelble. O software utilizado permitiu também a obtenção da componente dispersiva e da componente polar.

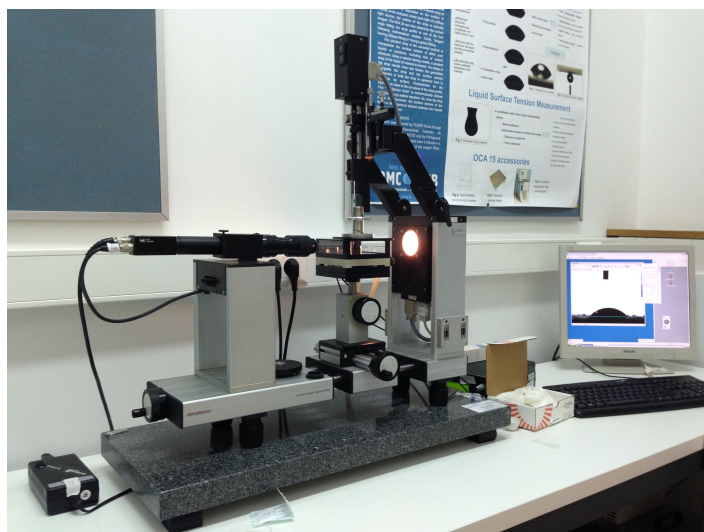


Figura 21 – Goniómetro utilizado OCA 15 - Optical Contact Angle, Dataphysics (INEB)

A molhabilidade de um sólido por um líquido pode ser avaliada em função do ângulo de contacto que esse líquido faz com o sólido (Figura 22). Consoante os valores obtidos de ângulo de contacto, a molhabilidade foi definida:

- Se os valores forem superiores a 90° , o sistema é considerado não molhável;
- Se os valores forem inferiores a 90° , o sistema é considerado molhável.

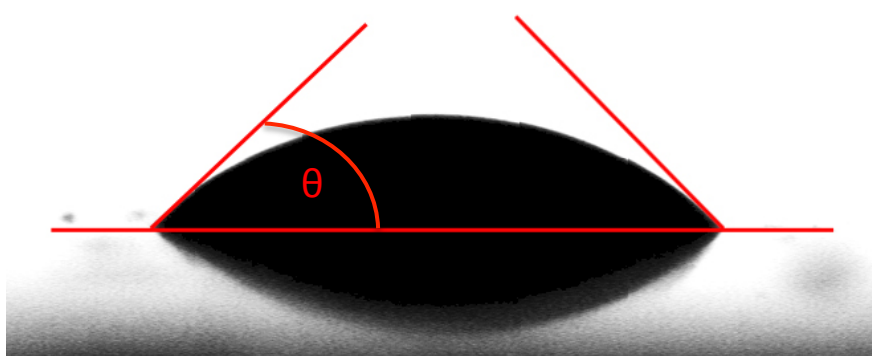


Figura 22 – Ângulo de contacto (θ) entre uma gota de um líquido com uma amostra pintada

2.4.4. Espectrofotometria

A cor foi analisada em quarenta e cinco amostras tipo A escolhidas aleatoriamente (nove amostras não pintadas, grupo A-I, e trinta e seis amostras pintadas, grupo A-II – nove de cada tinta). As amostras foram limpas com álcool, utilizando um ultrassom durante três minutos e depois secas.

A análise de cor (sob a forma de CIE Lab) foi realizada por espectrofotometria (método de medição da cor refletida ou transmitida por um objeto, quando exposto a um feixe de luz),^{40,41} utilizando o equipamento (Spectrophotometer CM 2600d, Konica Minolta, Osaka, Japão – Figura 23) calibrado de acordo com as instruções do fabricante. O padrão de luz utilizado (iluminador) foi o D65 (luz do dia a 6.540K) e o detetor de cor estava a 10 graus.

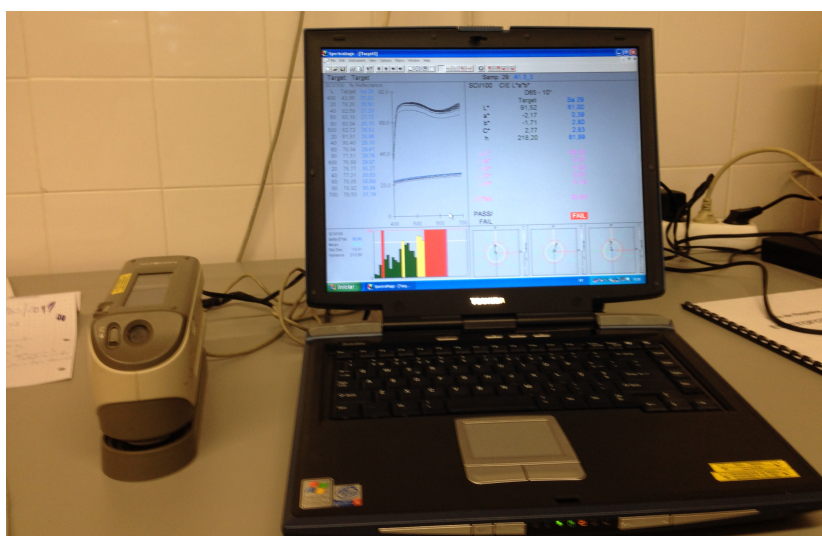


Figura 23 – Espectrofotômetro utilizado - Spectrophotometer CM 2600d, Konica Minolta (UM)

Após a obtenção dos valores médios de CIE Lab para amostras não pintadas e pintadas, estes valores foram convertidos para a escala de cor RAL (padronizada descrição de cores para controle industrial), com recurso à ferramenta “Color calculator”, disponível na página de internet da Easy RGB:

- <http://www.easyrgb.com/index.php?X=CALC#Result>

2.4.5. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)

Para uma melhor visualização e caracterização das superfícies das amostras, estas foram observadas em microscopia electrónica de varrimento no Centro de Materiais da Universidade do Porto (CEMUP) utilizando um Microscópio Electrónico de Varrimento (FEI Quanta 400 FEG ESEM, Hillsboro, USA – Figura 24). Previamente à observação no microscópio, as superfícies das amostras foram revestidas com uma camada fina de ouro/paládio durante 70 segundos com uma corrente elétrica de 15mA. Este revestimento foi efetuado por pulverização catódica (“sputtering”), utilizando o equipamento SPI Module Sputter Coater, SPI, West-Chester, USA.

Foram analisadas dez amostras escolhidas aleatoriamente (duas amostras não pintadas, grupo A-I, e nove amostras pintadas, grupo A-II – duas de cada tinta), com ampliações de 200x, 1000x e 2500x. Também se observaram duas amostras não pintadas (grupo B-I – antes do teste de fadiga mecânica) e oito amostras pintadas (grupo B-IV – duas de cada tinta) com ampliações de 150x e 1000x.

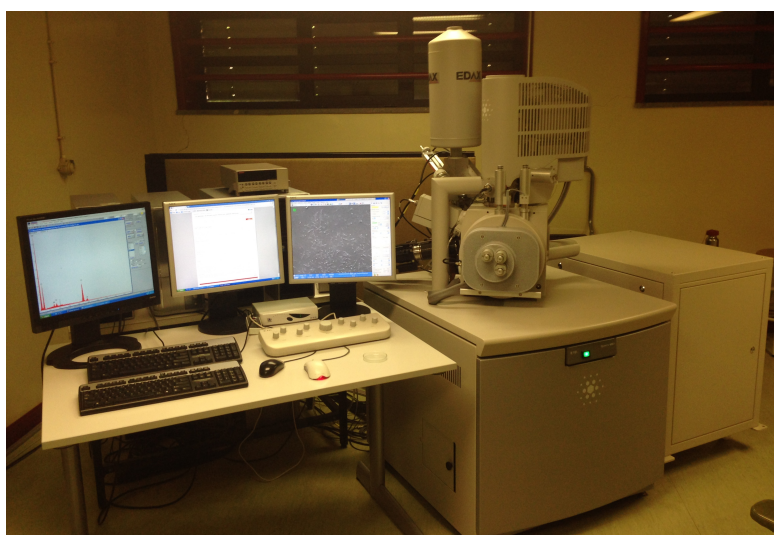


Figura 24 – MEV - FEI Quanta 400 FEG ESEM, Hillsboro, USA (CEMUP)

2.4.6. Citocompatibilidade

A citocompatibilidade foi avaliada em amostras não pintadas e pintadas com culturas de fibroblastos gengivais humanos, estabelecidas e caracterizadas ao longo do tempo, sobre as

amostras do tipo A. Os testes foram realizados no Laboratório de Metabolismo e Regeneração Óssea da FMDUP.

Neste trabalho foi utilizada a linha celular HGF-1 (ATCC® CRL-2014™, Manassas, VA, USA) de células fibroblásticas humanas, obtidas por biópsia de tecido gengival saudável (paciente do sexo masculino, caucasiano, com 28 anos de idade). De acordo com as indicações do laboratório responsável pelo fornecimento da linha celular, esta foi depositada numa passagem desconhecida. Um estudo de longevidade demonstrou a capacidade de proliferação celular durante 22 duplicações, antes da senescência. A análise de microssatélites revelou o seguinte perfil:

- amelogenina: X,Y, CSF1PO: 11, D13S317: 8,12, D16S539: 11,13, D5S818: 12, D7S820: 10, THO1: 6,7, TPOX: 8,11, vWA: 17,18.

2.4.6.1. Cultura celular

Todos os reagentes foram fornecidos pela empresa Sigma-Aldrich Corporation, St. Louis, USA, salvo as exceções devidamente mencionadas. As placas de cultura utilizadas foram adquiridas à empresa Corning Incorporated, Nova York, USA.

As células HGF-1 foram cultivadas no meio de cultura *α-Minimal Essential Medium* (α-MEM - GIBCO® Invitrogen, Carlsbad, California, USA), suplementado com 10% de soro bovino fetal (SBF) (GIBCO® Invitrogen), 50mg/ml de ácido ascórbico, 2.5µg/ml de fungizona (GIBCO® Invitrogen), 100IU/ml de penicilina e 10mg/ml de estreptomicina (GIBCO® Invitrogen).

As culturas foram mantidas numa estufa à temperatura constante de 37°C, numa atmosfera húmida com 95% de ar atmosférico e 5% de dióxido de carbono (CO₂). O meio de cultura, com a composição acima referenciada, foi mudado duas vezes por semana.

Inicialmente, as culturas foram mantidas até próximo da confluência (entre 70 a 80% de confluência), altura em que foi efetuada a subcultura. Esta foi realizada após libertação enzimática da camada celular aderida (tratamento com uma solução de 0.04% de tripsina e 0.025% de collagenase tipo I).

Seguidamente, a suspensão celular obtida foi utilizada para efetuar a subcultura celular na superfície das amostras, adequadamente esterilizadas, tendo sido utilizada a terceira passagem da população celular original. As células foram cultivadas a uma densidade de 5x10⁴ células/cm², tendo sido mantidas as condições de cultura referenciadas previamente, em termos de composição do meio de cultura e do microambiente de incubação.

Os materiais colonizados foram mantidos em cultura durante sete dias – sendo o meio de cultura mudado de dois em dois dias. O comportamento das culturas estabelecidas foi caracterizado relativamente à adesão, morfologia e proliferação celular à superfície do material, bem como relativamente à atividade funcional das culturas estabelecidas (através de expressão do gene FSP-1).

2.4.6.2. Viabilidade e proliferação celular

A viabilidade/proliferação celular foi determinada, de forma indireta, com a quantificação da atividade metabólica das culturas celulares estabelecidas, através da redução metabólica do MTT (brometo de 3-[4,5-dimetil-tiazol-2-il]-2,5-difeniltetrazólio) pelas enzimas mitocondriais das células viáveis. Como resultado da reação, obtém-se um produto de cristais de formazano coloridos. Estes podem ser solubilizados com um solvente orgânico (e.g., dimetilsulfóxido – DMSO) sendo o produto obtido quantificado por espectrofotometria.

Neste trabalho, para determinação da atividade metabólica, foi adicionada uma solução aquosa de MTT (0.5mg/L) ao meio de cultura, sendo as culturas incubadas durante quatro horas. No final do tempo de incubação, e previamente à dissolução dos cristais de formazano formados, a superfície das amostras colonizadas foi fotografada numa lupa binocular com sistema de imagem digital, referenciados anteriormente. De seguida, a cada amostra foi adicionado DMSO para promover a solubilização dos cristais obtidos e foi realizada a leitura da absorvância a 550nm, num leitor ELISA (Denley Wellscan, West Sussex, UK).

2.4.6.3. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)

Para a caracterização da adesão, morfologia e proliferação celulares na superfície dos materiais ao longo do tempo de cultura, recorreu-se à observação das amostras através de microscopia electrónica de varrimento. Assim, nos tempos de cultura adequados (i.e., dia um, dia três e dia sete), os materiais colonizados foram lavados com tampão fosfato-salino (PBS), e fixados numa solução de glutaraldeído a 1.5%, em tampão cacodilato de sódio a 0.14M, durante dez minutos. Os materiais foram seguidamente desidratados em álcool etílico (70, 80, 90 e 100%), e submetidos a secagem por ponto crítico.

O microscópio de varrimento e o jateamento utilizados foram os mesmos descritos no tópico 2.4.5., assim como as ampliações. Para cada dia de cultura estudado, foram selecionadas duas amostras não pintadas (grupo A-I) e duas amostras pintadas de cada tinta (grupo A-II).

2.4.6.4. Expressão génica de marcadores fibroblásticos

No que se refere à caracterização da expressão génica relevante na atividade fibroblástica, foi avaliada a expressão da *fibroblastic specific protein 1* (FSP1).

As amostras colonizadas foram lavadas com PBS e seguidamente, procedeu-se à extração do ácido ribonucleico (RNA) com o kit Mini Kit RNeasy® (QIAGEN, Valencia, CA), de acordo com as instruções do fabricante. O RNA obtido foi quantificado, e a sua pureza foi determinada através da quantificação da absorvância das amostras a 260 e 280nm, respetivamente. De cada amostra, foram utilizados 0,5µg para a realização da reação em cadeia da polimerase (PCR). A amostra inicial foi amplificada durante vinte e cinco ciclos com o sistema Titan One Tube RT-PCR System

(Roche Molecular Biochemicals, Indianapolis, USA), tendo sido utilizada uma temperatura de *annealing* de 55°C. Os produtos obtidos foram corridos num gel de agarose a 1% e fotografados com equipamento fotográfico digital. As imagens obtidas foram analisadas no software ImageJ (National Institutes of Health, Bethesda, MD) e a intensidade das bandas obtidas foi quantificada por densitometria. Os resultados obtidos foram normalizados para a expressão do gene *housekeeping* GAPDH (*Glyceraldehyde 3-phosphate dehydrogenase*). Foram utilizadas as seguintes sequências de primers:

- GAPDH
 - Forward – 5'-CAGGACCAGGTTACCAACAAGT-3'
 - Reverse – 5'-GTGGCAGTGATGGCATGGACTGT-3'
- FSP1
 - Forward – 5'-GATGAGCAACTTGGACAGCAA-3'
 - Reverse – 5'-CTGGGCTGCTTATCTGGGAAG-3'

2.5. Avaliação com envelhecimento

Para simulação do envelhecimento dos materiais, as amostras foram sujeitas a termociclagem (fadiga térmica) e fadiga mecânica. Na avaliação com envelhecimento foi estudada a tinta MO-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal.

2.5.1. Termociclagem

A termociclagem das amostras pintadas com a tinta Procoat (grupos A-III e B-III) foi efetuada numa máquina fabricada no DEM-UM (Figura 25) programada para 1000 ciclos térmicos. Cada ciclo é composto pela alternância entre uma solução a 5°C (durante vinte segundos) e outra a 55°C (durante vinte segundos).^{3,28} As amostras foram divididas em dois grupos e foram realizados dois testes de termociclagem, com aproximadamente dezassete horas cada um.

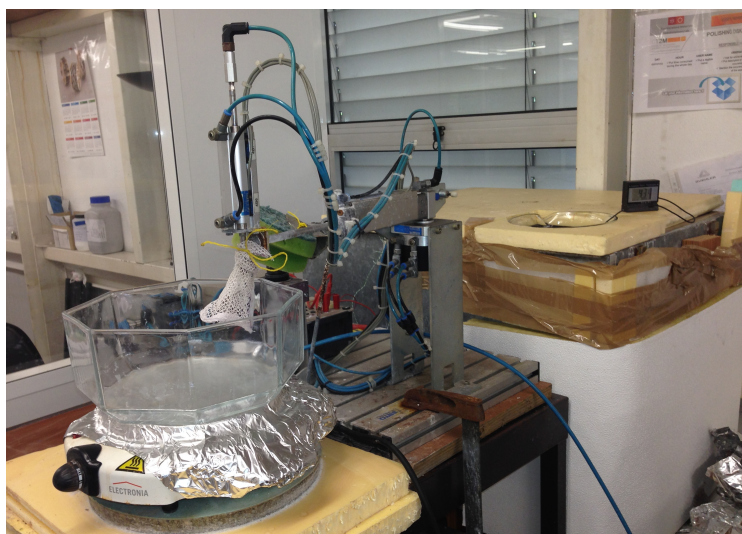


Figura 25 – Máquina para termociclagem (DEM-UM)

A solução utilizada neste processo de termociclagem foi a saliva artificial *Fusayama* com a composição descrita na Tabela 4. Esta solução, produzida no laboratório do DEM-UM, apresenta um pH ácido (5.5) e um maior potencial corrosivo.⁴¹ Foram produzidos cerca de vinte e cinco litros de saliva nas proporções desejadas. Parte da saliva foi colocada num frigorífico para repor na solução a 5°C, outra parte da saliva foi separada à temperatura ambiente para repor na solução a 55°C.

Tabela 4 – Composição da saliva artificial *Fusayama*

Compostos	Concentração (g/L)
NaCl	0.400
KCl	0.400
CaCl ₂ .2H ₂ O	0.795
Na ₂ S.9H ₂ O	0.005
NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	0.690
Ureia	1.000

2.5.2. Fadiga mecânica

Os testes mecânicos foram realizados no Departamento de Engenharia Mecânica (DEM-UM) sobre as amostras do tipo B (dez amostras não pintadas, grupo B-I, dez amostras pintadas com a

tinta Procoat, grupo B-II, e dez amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem, grupo B-III). Realizaram-se testes de fadiga por deflexão constante, aplicando uma força para um deslocamento de 1.3mm durante 7250 ciclos. A força aplicada foi de 135N em dez amostras, numa orientação vertical e velocidade de 3Hz. O equipamento utilizado foi o sistema servo-hidráulico Instron® 8874, Grove City, USA, da forma ilustrada nas Figuras 26 e 27.

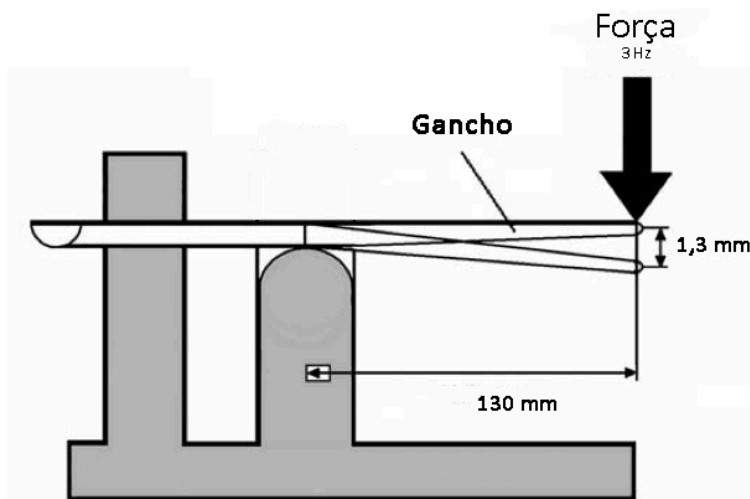


Figura 26 – Esquema ilustrativo da fadiga mecânica

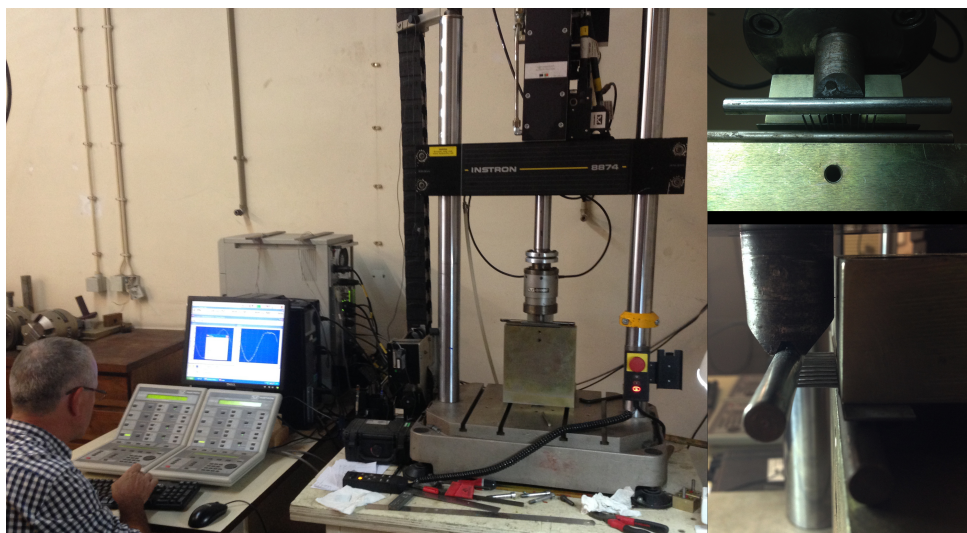


Figura 27 – Teste de fadiga mecânica - Instron® 8874, Grove City, USA (DEM-UM)

2.5.3. Macroscopia

Foi efetuado o mesmo protocolo anteriormente descrito no tópico 2.4.1., com as referidas ampliações. Foram observadas quinze amostras do tipo B com envelhecimento por fadiga mecânica: cinco amostras não pintadas (grupo B-I), cinco mostras pintadas com a tinta Procoat (grupo B-II) e cinco amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo B-III).

2.5.4. Rugosidade

Foi executado o mesmo protocolo anteriormente descrito no tópico 2.4.2. Foram escolhidas aleatoriamente nove amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III).

2.5.5. Espectrofotometria

Foi realizado o mesmo protocolo anteriormente descrito no tópico 2.4.4. Foram escolhidas aleatoriamente nove amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III).

2.5.6. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)

Foi efectuado o mesmo protocolo anteriormente descrito no tópico 2.4.5., com as referidas ampliações. Escolhidas aleatoriamente, foram analisadas duas amostras tipo A pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III), duas amostras tipo B não pintadas (grupo B-I), duas amostras tipo B pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-II) e duas amostras tipo B pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica (grupo B-III).

2.5.7. Citocompatibilidade

O protocolo para a avaliação da citocompatibilidade das amostras submetidas ao processo de envelhecimento por termociclagem foi idêntico ao descrito no tópico 2.4.6.

2.6. Análise estatística

A análise estatística foi realizada utilizando o software IBM® SPSS® Statistics, versão 22, New York, USA, onde foram introduzidos os dados obtidos dos diferentes testes realizados. As amostras foram agrupadas, sendo tratadas como variáveis independentes, consoante o tratamento superficial: não pintadas e pintadas (para cada tinta); pintadas com a tinta Procoat e pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento. Fez-se a análise estatística descritiva dos dados relativos a todos os parâmetros descritos. Incluiu a descrição da média, desvio padrão (dp), máximo e mínimo.

Conforme o tipo de distribuição (normal ou não normal) e considerando as suposições necessárias, fizeram-se testes paramétricos (ANOVA) e testes não paramétricos (Mann-Whitney e de Kruskal-Wallis) para comparar dois ou mais grupos independentes com diferentes variáveis dependentes isoladamente. O nível de significância estatística considerado foi de 5% ($p=0.05$).

3. RESULTADOS

3. RESULTADOS

3.1. Avaliação sem envelhecimento

Na avaliação sem envelhecimento foram estudadas as quatro tintas já descritas:

- HotCoat Powder - 10100 Gloss White, Eastwood®, Pottstown, USA (Eastwood);
- Megamix S400, CIN®, Maia, Portugal (Megamix);
- M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal (Procoat);
- MegaPrimer SP30, CIN®, Maia, Portugal (Megaprimer).

3.1.1. Descrição das amostras

No total, foram produzidas 263 amostras do tipo A e 90 amostras do tipo B. O controlo visual permitiu a exclusão de amostras com grandes defeitos; os controlos radiográficos e dimensionais permitiram a exclusão de amostras com pequenos defeitos. Do tipo A foram excluídas 33 amostras e do tipo B foram excluídas vinte amostras. As amostras excluídas apresentavam dimensões e espessuras erradas, bolhas, porosidades, ausência de material e faces não planas.

As amostras sujeitas à pintura apresentavam na sua maioria uma camada fina e uniforme da tinta. A marca deixada pelo fio-condutor é visível em todas as amostras (Figura 28). Algumas amostras do tipo A apresentavam alguns pontos de ausência de tinta, atribuído ao contacto das amostras aquando do transporte para o forno.

Os resultados da avaliação dimensional das amostras pintadas do tipo A (grupo A-II) apresentam-se na Tabela 5.

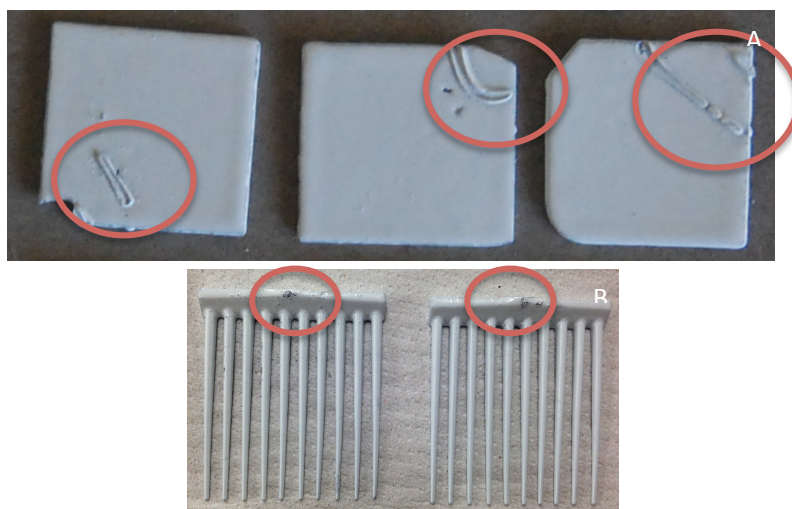


Figura 28 – Marcas deixadas pelo fio condutor; A – Amostras tipo A; B – Amostras tipo B

Tabela 5 – Dimensões das amostras pintadas do tipo A

Grupo	Tinta	Amostra	Largura (mm)	Comprimento (mm)	Espessura (mm)
A-II (pintadas)	Eastwood	1	15.35	16.01	1.26
		2	15.11	15.63	1.28
		3	14.38	14.93	1.40
		4	14.85	15.20	1.26
		5	15.10	14.56	1,25
		6	16.12	15.25	1,45
		7	16.19	15.26	1,26
		8	15.43	14.37	1.16
		9	15.14	14.95	1.27
		10	15.52	15.45	1.25
		11	15.40	15.51	1.15
		12	15.38	14.62	1.20
		13	15.39	15.31	1.26
		14	15.08	15.02	1.24
		15	15.01	14.77	1.27
		16	14.69	15.60	1.22
		17	14.88	15.90	1.26
		18	14.11	15.92	1.30
		19	15.32	14.30	1.27
		20	15.89	15.02	1.27
		21	15.04	14.97	1.23
		22	14.61	15.21	1.24
		23	15.50	15.65	1.15
		24	15.00	14.34	1.04
		25	15.03	15.70	1.12
		26	15.34	15.20	1.18
		27	15.45	14.84	1.16
		28	15.18	15.05	1.15
		29	15.30	15.38	1.09
		30	15.24	14.99	1.05
		31	15.52	14.98	1.22
		32	14.92	14.76	1.03
		33	15.39	14.87	1.03
		34	15.08	14.98	1.08
		35	14.99	14.95	1.16
		36	16.02	15.60	1.13
		37	14.72	15.45	1.19
		38	14.76	16.01	1.12
		39	13.13	13.82	0.99
		40	15.29	14.62	1.00
		Média	15.15	15.12	1.19

Tabela 5 – Dimensões das amostras pintadas do tipo A (continuação)

Grupo	Tinta	Amostra	Largura (mm)	Comprimento (mm)	Espessura (mm)
A-II (pintadas)	Megamix	1	14.93	15.35	1.15
		2	15.80	16.14	1.25
		3	15.03	15.81	1.28
		4	15.10	15.18	1.25
		5	15.02	14.79	1.21
		6	15.08	14.57	1.26
		7	15.07	15.06	1.07
		8	14.93	14.88	1.28
		9	14.82	15.16	1.24
		10	15.10	15.75	1.16
		11	15.24	15.71	1.17
		12	15.81	15.11	1.22
		13	15.80	15.18	1.15
		14	14.91	15.81	1.20
		15	15.11	15.72	1.26
		16	14.44	14.61	1.13
		17	14.63	15.72	1.22
		18	14.91	15.20	1.20
		19	14.55	15.40	1.21
		20	14.74	15.95	1.23
		21	14.43	14.72	1.24
		22	15.07	15.28	1.23
		23	16.47	15.59	1.22
		24	15.33	14.45	1.28
		25	15.44	15.67	1.12
		26	15.55	14.83	1.15
		27	14.69	15.53	1.15
		28	15.24	14.56	1.19
		29	15.38	15.55	1.23
		30	15.38	15.93	1.08
		31	14.94	15.20	1.15
		32	15.42	15.41	1.13
		33	15.09	15.55	1.17
		34	15.60	15.21	1.17
		35	15.63	15.18	1.11
		36	15.20	14.88	1.13
		37	14.92	14.83	1.17
		38	14.97	14.58	1.14
		39	15.76	15.68	1.13
		40	15.59	16.49	1.11
		Média	15.18	15.31	1.19

Tabela 5 – Dimensões das amostras pintadas do tipo A (continuação)

Grupo	Tinta	Amostra	Largura (mm)	Comprimento (mm)	Espessura (mm)
A-II (pintadas)	Procoat	1	15.09	15.06	1.20
		2	15.15	15.20	1.31
		3	14.97	15.13	1.22
		4	15.84	15.27	1.21
		5	14.98	16.30	1.24
		6	15.37	15.17	1.12
		7	14.53	15.56	1.28
		8	16.25	15.47	1.10
		9	14.80	14.61	1.11
		10	14.68	15.34	1.18
		11	14.54	14.83	1.29
		12	14.34	14.20	1.19
		13	15.21	15.13	1,25
		14	14.75	15.04	1.17
		15	15.34	14.90	1.22
		16	15.24	15.01	1.20
		17	15.56	14.91	1.25
		18	15.25	15.35	1.18
		19	14.82	14.85	1.07
		20	15.45	15.79	1.12
		21	15.06	14.86	1.06
		22	14.93	15.38	1.22
		23	14.79	15.00	1.19
		24	14.68	14.98	1.25
		25	15.32	15.03	1.16
		26	14.73	15.36	1.19
		27	16.07	15.32	1.23
		28	15.32	15.53	1.14
		29	15.13	15.42	1.05
		30	15.10	15.81	1.24
		31	14.62	14.84	1.33
		32	15.68	14.82	1.17
		33	15.28	14.82	1.22
		34	15.63	15.65	1.24
		35	15.25	15.42	1.12
		36	15.58	15.53	1.23
		37	14.97	14.89	1.19
		38	15.49	15.04	1.13
		39	14.78	14.56	1.19
		40	14.54	14.63	1.23
		Média	15.13	15.15	1.19

Tabela 5 – Dimensões das amostras pintadas do tipo A (final)

Grupo	Tinta	Amostra	Largura (mm)	Comprimento (mm)	Espessura (mm)
A-II (pintadas)	Megaprimer	1	15.50	15.88	1.40
		2	15.75	15.97	1.38
		3	15.77	15.71	1.26
		4	15.67	14.82	1.17
		5	14.88	15.52	1.18
		6	15.01	15.78	1.17
		7	15.59	14.64	1.32
		8	14.98	15.19	1.17
		9	15.08	15.11	1.20
		10	15.39	16.14	1.24
		11	15.25	15.48	1.22
		12	14.39	15.79	1.13
		13	15.98	15.02	1.22
		14	16.03	15.31	1.25
		15	14.46	14.42	1.22
		16	15.12	16.41	1.27
		17	14.49	15.47	1.25
		18	15.34	15.17	1.29
		19	14.97	15.28	1.25
		20	16.05	15.97	1.23
		21	15.45	15.40	1.26
		22	15.65	15.40	1.25
		23	15.73	16.35	1.10
		24	15.87	16.28	1.11
		25	16.08	14.91	1.18
		26	15.14	15.02	1.17
		27	15.42	16.12	1.14
		28	15.20	15.68	1.17
		29	15.68	15.14	1.11
		30	15.57	15.51	1.23
		31	16.62	14.76	0.98
		32	15.44	15.74	1.22
		33	15.85	15.69	1.01
		34	16.02	15.95	1.19
		35	15.32	15.54	1.09
		36	15.13	16.04	1.11
		37	15.15	15.64	1.15
		38	14.83	15.19	1.14
		39	15.63	14.92	1.12
		40	14.17	14.11	1.15
		Média	15.39	15.46	1.19
	Média do grupo		15.21	15.26	1.19

As dimensões médias de todas as amostras pintadas (grupo A-II) foram de 15.21mm (dp: 0.49) de largura, 15.26mm (dp: 0.49) de comprimento e 1.19mm (dp: 0.08mm) de espessura.

As amostras pintadas do grupo A-II obtiveram as seguintes dimensões médias:

- Eastwood – 15.15mm (dp: 0.54) de largura, 15.12mm (dp: 0.50) de comprimento e 1.191mm (dp: 0.10) de espessura;
- Megamix – 15.18mm (dp: 0.42) de largura, 15.31mm (dp: 0.48) de comprimento e 1.19mm (dp: 0.06) de espessura;
- ProCoat – 15.13mm (dp: 0.43) de largura, 15.15mm (dp: 0.39) de comprimento e 1.19mm (dp: 0.07) de espessura;
- MegaPrimer – 15.39mm (dp: 0.52) de largura, 15.46mm (dp: 0.53) de comprimento e 1.19mm (dp: 0.08) de espessura.

A análise estatística demonstrou que as distribuições dos resultados das espessuras das amostras não pintadas e pintadas eram normais, e o número de amostras era suficiente. Aplicaram-se testes paramétricos ANOVA e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas ($p=0.01$) entre as amostras pintadas e as amostras não pintadas, mas não há diferenças estatisticamente significativas ($p=0.98$) entre as amostras pintadas com diferentes tintas.

3.1.2. Macroscopia

Na Tabela 6 apresentam-se os resultados observados na macroscopia das amostras do tipo B não pintadas (grupo B-I - antes do teste de fadiga mecânica) e pintadas com cada tinta (grupo B-IV).

Em três das cinco amostras não pintadas (grupo B-I) observadas, foram detetados defeitos da liga (duas depressões e uma saliência) e não foram detetadas fissuras.

As amostras pintadas (grupo B-IV) apresentaram vinte e duas áreas com ausência de tinta, dezassete das quais na área da ponta e cinco áreas de defeitos da tinta (quatro depressões e uma saliência). Em nenhum dos grupo se observaram fissuras ou manchas. Destaca-se, ainda que:

- A tinta que apresentou mais áreas de ausência de tinta foi a Eastwood, embora sem nenhuma área com defeitos de tinta;
- A tinta Megaprimer foi a que apresentou mais áreas de defeitos de tinta.

As Figuras 29, 30, 31, 32 e 33 mostram imagens das amostras B, não pintadas e pintadas com as diferentes tintas, tanto no meio como na ponta.

Tabela 6 – Observação macroscópica das amostras tipo B

Amostras			Fissuras			Ausência de tinta			Defeitos Liga			Defeitos tinta			Mancha		
Grupo	Tinta	Amostra	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta
B-I		1	0	0	0				0	0	1						
		2	0	0	0				1	0	0						
		3	0	0	0				0	1	0						
		4	0	0	0				0	0	0						
		5	0	0	0				0	0	0						
B-IV	Eastwood	1	0	0	0	0	1	1				0	0	0	0	0	0
		2	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		3	0	0	0	0	0	0				0	0	0	0	0	0
		4	0	0	0	1	0	1				0	0	0	0	0	0
		5	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
	Megamix	1	0	0	0	0	1	1				0	1	0	0	0	0
		2	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		3	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		4	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		5	0	0	0	0	0	0				0	0	0	0	0	0
	Procoat	1	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		2	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		3	0	0	0	0	1	1				0	0	0	0	0	0
		4	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		5	0	0	0	0	0	1				0	1	0	0	0	0
	Megaprimer	1	0	0	0	0	0	1				0	1	0	0	0	0
		2	0	0	0	0	0	1				1	0	0	0	0	0
		3	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		4	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		5	0	0	0	0	1	0				0	0	1	0	0	0

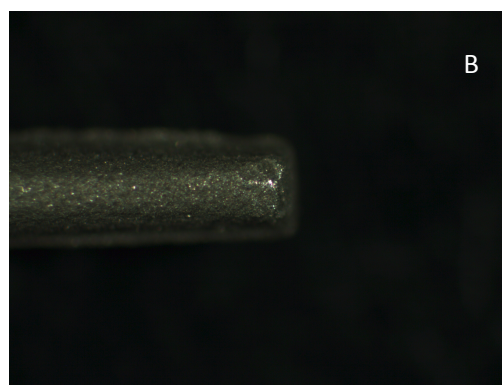
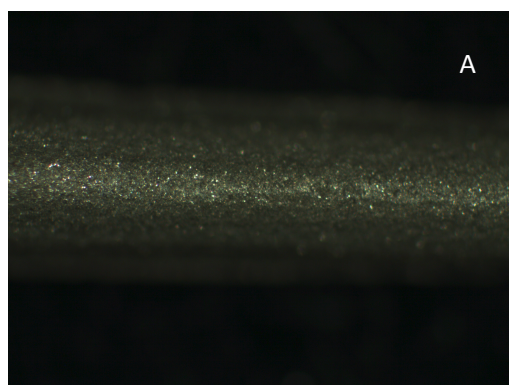


Figura 29 – Imagem macroscópica de amostras tipo B sem pintura (grupo B-I); A – Meio (magnificação: 20x); B – Ponta (magnificação: 20x)

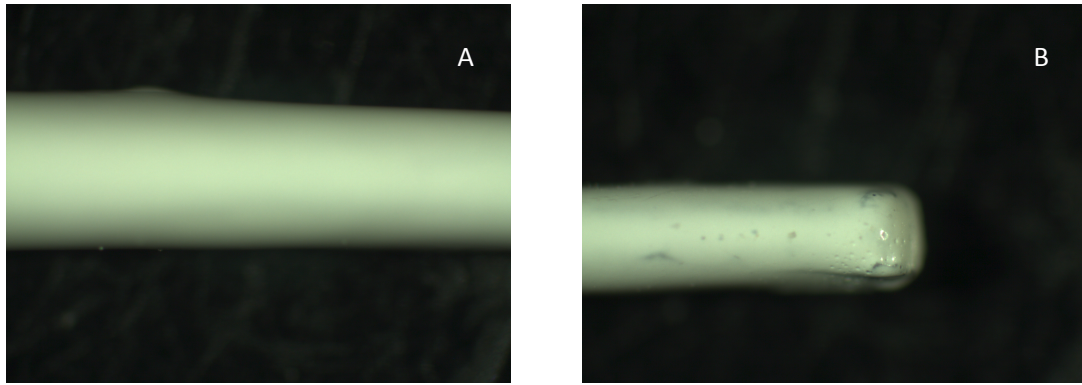


Figura 30 – Imagem macroscópica de amostras tipo B com pintura Eastwood (grupo B-IV); A – Meio (magnificação: 20x); B – Ponta (magnificação: 20x)

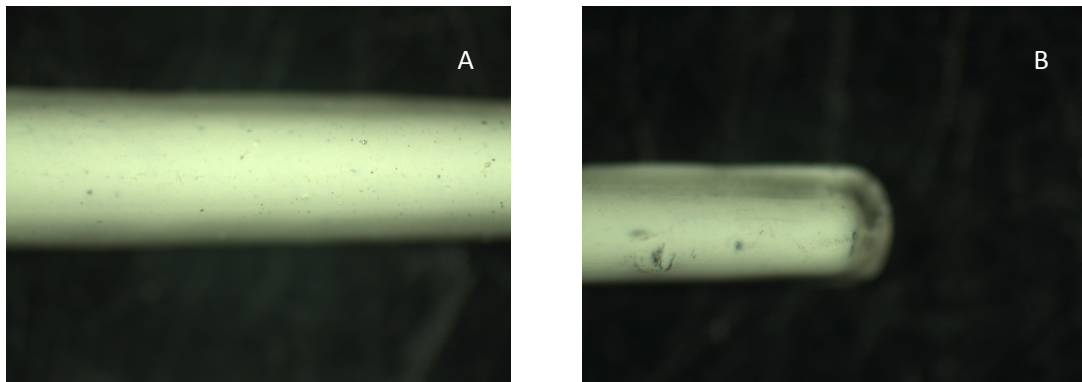


Figura 31 – Imagem macroscópica de amostras tipo B com pintura MegaMix (grupo B-IV); A – Meio (magnificação: 20x); B – Ponta (magnificação: 20x)

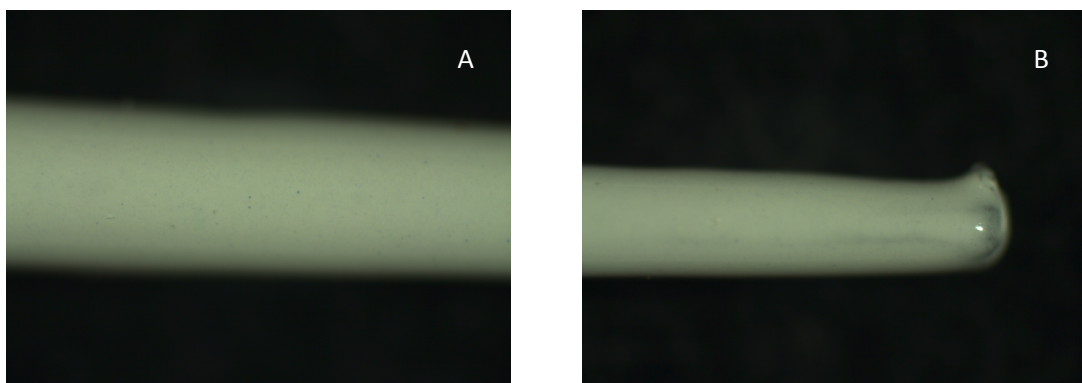


Figura 32 – Imagem macroscópica de amostras tipo B com pintura Procoat (grupo B-IV); A – Meio (magnificação: 20x); B – Ponta (magnificação: 20x)

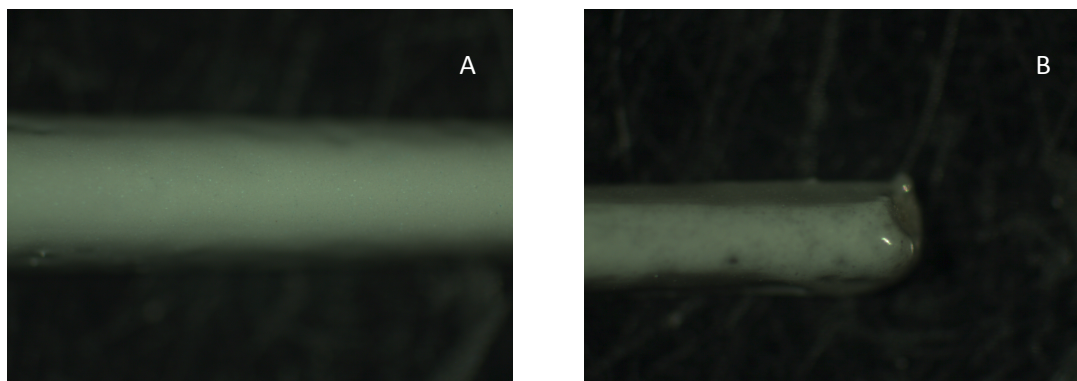


Figura 33 – Imagem macroscópica de amostras tipo B com pintura MegaPrimer (grupo B-IV); A – Meio (magnificação: 20x); B – Ponta (magnificação: 20x)

3.1.3. Rugosidade

Nas Tabelas 7 e 8 apresentam-se os resultados relativos à rugosidade (Ra e Rmax) das amostras não pintadas (grupo A-I) e das amostras pintadas consoante cada tinta (grupo A-II).

Tabela 7 – Valores de Rugosidade (Ra e Rmax) para amostras não pintadas

Grupo	Tinta	Leitura	Ra (μm)	Rmax (μm)
A-I (não pintadas)		1	1.91	13.38
		2	1.76	16.32
		3	2.01	18.69
		4	1.41	12.27
		5	1.36	12.03
		6	1.93	19.03
		7	1.69	13.91
		8	1.48	16.60
		9	2.05	18.61
	Média do grupo		1.73	15.64

Tabela 8 – Valores de Rugosidade (Ra e Rmax) para amostras pintadas

Grupo	Tinta	Leitura	Ra (μm)	Rmax (μm)
A-II (pintadas)	Eastwood	1	0.09	0.59
		2	0.08	0.63
		3	0.10	0.66
		4	0.08	0.56
		5	0.09	0.63
		6	0.09	0.61
		7	0.14	0.73
		8	0.10	2.42
		9	0.17	1.07
		Média	0.10	0.88
	Megamix	1	0.30	1.61
		2	0.26	1.93
		3	0.26	2.22
		4	0.15	0.95
		5	0.45	2.88
		6	0.28	3.98
		7	0.22	1.27
		8	0.11	0.71
		9	0.22	1.03
		Média	0.25	1.84
	Procoat	1	0.11	1.02
		2	0.08	0.86
		3	0.07	0.64
		4	0.07	0.76
		5	0.14	2.37
		6	0.09	1.02
		7	0.08	0.80
		8	0.13	1.03
		9	0.11	0.88
		Média	0.10	1.04
	Megaprimer	1	0.65	7.45
		2	0.81	6.27
		3	1.03	6.86
4		0.76	5.20	
5		0.61	5.69	
6		0.95	8.15	
7		0.59	4.93	
8		0.61	7.69	
9		0.84	8.20	
Média		0.77	6.71	
Média do grupo			0.30	2.62
Média total			0.59	5.23

As rugosidades das amostras não pintadas (grupo A-I) foram as mais altas, com um Ra médio de 1.73µm (dp: 0.26) e um Rmax médio de 15.65µm (dp: 2.82). Nas amostras pintadas (grupo A-II) observou-se um Ra médio de 0.59µm (dp: 0.64) e um Rmax médio de 5.23µm (dp: 5.87). As amostras do grupo A-II, pintadas com diferentes tintas, obtiveram os seguintes valores médios de Ra e Rmax para cada tinta:

- Eastwood – Ra médio de 0.10µm (dp:0.03) e Rmax médio de 0.88µm (dp:0.60), sendo a tinta que apresenta o Rmax médio menor;
- Megamix – Ra médio de 0.25µm (dp: 0.10) e Rmax médio de 1.84µm (dp: 1.06);
- ProCoat – Ra médio de 0.10µm (dp: 0.03) e Rmax médio de 1.042µm (dp: 0.52), sendo a tinta com o Ra médio menor;
- MegaPrimer – Ra médio de 0.76µm (dp: 0.16) e Rmax médio de 6.71µm (dp:1.25), sendo a tinta que apresenta o maior valor de Rmax médio.

A análise estatística demonstrou que as distribuições dos resultados da rugosidade das amostras não pintadas e pintadas não eram normais. Aplicaram-se testes não paramétricos de Mann-Whitney e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas ($p=0.001$ para Ra e Rmax) entre as amostras pintadas e as amostras não pintadas. Aplicou-se o teste de Kruskal-Wallis para comparar as diferentes tintas, e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas ($p=0.001$) entre elas, tanto para o Ra como para o Rmax.

3.1.4 Espectrofotometria

As Tabelas 9 e 10 apresentam os resultados obtidos na análise de cor. Os valores apresentados estão sob a forma de coordenadas de cor no sistema CIE Lab.

Tabela 9 – Valores de espectrofotometria (CIE L*a*b*) em amostras não pintadas

Grupo	Tinta	Amostra	CIE L*a*b*		
			L*	a*	b*
A-I (não pintadas)		1	60.572	0.041	3.038
		2	60.059	0.042	3.155
		3	60.557	0.043	3.073
		4	60.169	0.036	2.798
		5	59.029	0.031	2.932
		6	59.790	0.031	2.851
		7	60.983	0.036	2.801
		8	61.179	0.036	2.796
		9	61.005	0.039	2.805
	Média do grupo		60.371	0.037	2.916

Tabela 10 – Valores de espectrofotometria (CIE L*a*b*) em amostras pintadas

Grupo	Tinta	Amostra	CIE L*a*b*		
			L*	a*	b*
A-II (pintadas)	Eastwood	1	96.038	-1.373	1.065
		2	96.154	-1.240	1.142
		3	96.134	-1.174	1.236
		4	96.436	-1.150	1.349
		5	96.563	-1.169	1.446
		6	96.516	-1.156	1.443
		7	96.468	-1.238	1.479
		8	96.512	-1.125	1.358
		9	96.331	-1.096	1.378
		Média	96.350	-1.191	1.322
	Megamix	1	90.033	0.058	5.937
		2	90.034	0.038	5.916
		3	89.920	0.046	6.069
		4	88.462	-0.916	3.792
		5	89.568	-0.102	5.578
		6	89.565	-0.127	5.549
		7	89.843	-0.007	5.960
		8	89.790	-0.067	5.884
		9	89.812	-0.094	5.844
		Média	89.670	-0.130	5.614
	Procoat	1	89.446	-2.210	-1.645
		2	91.869	-2.215	-1.529
		3	91.039	-2.214	-1.725
		4	91.591	-2.195	-1.662
		5	91.582	-2.182	-1.682
		6	91.768	-2.254	-1.606
		7	91.808	-2.233	-1.395
		8	91.823	-2.252	-1.507
		9	91.757	-2.262	-1.508
		Média	91.409	-2.224	-1.584
	Megaprimer	1	61.423	-1.493	-1.181
		2	61.440	-1.552	-1.048
		3	61.675	-1.527	-1.079
		4	61.058	-1.463	-1.446
		5	60.936	-1.464	-1.520
		6	61.551	-1.412	-1.148
		7	61.136	-1.448	-1.401
		8	61.093	-1.462	-1.418
		9	61.378	-1.483	-1.250
		Média	61.299	-1.478	-1.277
	Média do grupo		84.682	-1.256	1.019

Nas amostras não pintadas (grupo A-I), o valor médio de L^* foi 60.371 (dp: 0.686), a^* foi 0.037 (dp: 0.004) e b^* foi 2.916 (dp: 0.139).

Nas amostras pintadas (grupo A-II), o valor médio de: L^* foi 84.682 (dp: 13.923), a^* foi 1,256 (dp: 0.778) e b^* foi -1,019 (dp: 2.946). Dividindo o grupo A-II por tintas, obtivemos os seguintes valores médios para cada tinta:

- Eastwood – L^* 96.35 (dp: 0.195), a^* -1.191 (dp:0.083) e b^* 1.322 (dp: 0.143);
- Megamix – L^* 89.67 (dp: 0.484), a^* -0.130 (dp: 0.303) e b^* 5.614 (dp: 0.705);
- ProCoat – L^* 91.409 (dp: 0.778), a^* -2.224 (dp: 0.028) e b^* -1.584 (dp: 0.106);
- MegaPrimer – L^* 61.299 (dp: 0.251), a^* -1,478 (dp: 0.042) e b^* -1.277 (dp: 0.174).

A análise estatística demonstrou que as distribuições dos resultados da espectrofotometria das amostras não pintadas e pintadas não eram normais. Logo, aplicaram-se testes não paramétricos de Mann-Whitney e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas no valor L^* ($p=0.001$), no valor a^* ($p=0.001$) e no valor b^* ($p=0.02$) entre as amostras não pintadas e as amostras pintadas. Aplicou-se também o teste de Kruskal-Wallis para comparar as diferentes tintas, e verificou-se que há diferenças nos valores de Lab estatisticamente significativas ($p=0.001$) entre as diferentes tintas.

Com os valores médios na escala CIE Lab foram calculados os valores correspondentes na escala RAL correspondentes. Na Tabela 11 apresentam-se os valores correspondentes de cor para amostras não pintadas (grupo A-I) e pintadas (grupo A-II).

Tabela 11 – Valores médios de espectrofotometria CIE $L^*a^*b^*$ e cor RAL em amostras do grupo A-I e A-II

Grupo	Tinta	CIE $L^*a^*b^*$			Cor RAL	n
		L^*	a^*	b^*		
A-I		60.371	0.037	2.916	7004/7030/7036/7042	9
A-II	Eastwood	96.350	-1.191	1.322	9001/9003/9010/9016	9
	Megamix	89.670	-0.130	5.614	9001/9002/9003/9010	9
	Procoat	91.409	-2.224	-1.584	9002/9003/9010/9016	9
	Megaprimer	61.299	-1.478	-1.277	7001/7004/7042/7045	9

No grupo das amostras não pintadas (A-I) observaram-se valores médios de L^* , a^* e b^* correspondentes às referências RAL 7004, 7030, 7036 e 7042, e compatíveis com a cor observada (tons de cinzento).

No grupo das amostras pintadas (A-II) obtiveram-se valores médios de L^* , a^* , b^* correspondentes para cada tinta:

- Eastwood – às referências RAL 9001, 9003, 9010 e 9016, e compatíveis com a cor observada (tons de branco);
- Megamix – às referências RAL 9001, 9002, 9003 e 9010, e compatíveis com a cor observada (tons de bege);
- ProCoat – às referências RAL 9002, 9003, 9010 e 9016, e compatíveis com a cor observada (tons de bege/branco);
- MegaPrimer – às referências RAL 7001, 7004, 7042 e 7045, e compatíveis com a cor observada (tons de cinzento).

3.1.5. Ângulo de contacto, tensão superficial e molhabilidade

As Tabelas 12 e 13 exibem os resultados dos ângulos de contacto obtidos para as amostras pintadas e não pintadas com três líquidos: água destilada, glicerol e diiodometano.

Tabela 12 – Valores de ângulo de contacto para água, glicerol e diiodometano em amostras não pintadas do grupo A-I

Grupo	Tinta	Amostra	Ângulo de contacto		
			Água	Glicerol	Diiodometano
A-I (não pintadas)		1	57.20	72.68	38.74
		2	58.28	80.66	49.16
		3	47.93	81.03	49.45
		4	52.26	80.18	54.08
		5	57.60	73.79	44.53
		6	57.12	70.58	47.69
		7	46.88	71.79	47.69
		8	47.27	80.67	42.99
		9	78.61	80.43	39.98
		10	53.42	83.35	45.46
		Média	55.66	77.52	45.98

As amostras sem pintura (grupo A-I) apresentaram um ângulo de contacto médio de 55.66° (dp: 9.223) com água, 77.52° (dp: 4.714) com glicerol e 45.98° (dp: 4.635) com diiodometano.

Tabela 13 – Valores de ângulo de contacto para água, glicerol e diiodometano em amostras pintadas do grupo A-II

Grupo	Tinta	Amostra	Ângulo de contacto		
			Água	Glicerol	Diiodometano
A-II (Pintadas)	Eastowood	1	87.09	83.97	45.84
		2	85.31	84.33	44.21
		3	85.67	81.36	43.03
		4	86.80	80.05	43.40
		5	80.01	82.04	44.22
		6	80.27	81.36	43.56
		7	84.73	81.01	43.73
		8	85.07	80.64	41.55
		9	84.75	82.18	41.16
		10	79.31	83.90	40.77
		Média	83.90	82.08	43.15
	Megamix	1	79.71	74.52	39.59
		2	80.48	74.52	39.69
		3	80.39	75.74	42.14
		4	81.25	76.07	41.55
		5	80.88	78.54	41.26
		6	81.51	78.58	43.88
		7	75.04	74.70	40.26
		8	74.90	74.87	40.20
		9	76.07	77.18	41.24
		10	76.68	76.65	36.40
		Média	78.69	76.14	40.62
	Procoat	1	75.15	85.17	45.03
		2	71.92	84.82	44.11
		3	77.92	85.29	48.46
		4	78.07	84.81	45.59
		5	79.13	84.05	45.38
		6	74.79	79.33	44.84
		7	76.04	83.23	46.95
		8	73.98	81.70	46.62
		9	75.31	84.59	48.10
		10	75.75	86.08	47.64
		Média	75.81	83.91	46.27
	Megaprimer	1	89.04	87.22	38.94
		2	84.23	86.41	40.56
		3	81.85	84.29	39.90
		4	88.94	84.72	39.49
		5	84.21	80.99	40.28
		6	82.58	81.25	42.88
		7	86.51	79.95	43.29
		8	83.37	82.90	42.96
		9	84.96	83.26	42.67
		10	85.36	88.92	43.64
		Média	85.11	84.00	41.46
	Média do grupo		80.88	81.53	42.88

As amostras com pintura (A-II) apresentaram um ângulo de contacto médio de 80.87° (dp: 4.559) com água, 81.53° (dp: 3.809) com glicerol e 42.88° (dp: 4.635) com diiodometano. Para cada tinta obtiveram-se os seguintes ângulos de contacto médios de:

- Eastwood – 83.90° (dp: 2.903) com água de, 82.08° (dp: 1.503) com glicerol e 43.15° (dp: 1.573) com diiodometano.
- Megamix – 78.69° (dp: 2.688) com água, 76.14° (dp: 1,569) com glicerol e 40.62° (dp: 1.962) com diiodometano. Foi a tinta que apresentou o menor ângulo de contacto médio com glicerol e com diiodometano.
- ProCoat – 75.81° (dp: 2.130) com água, 83.91° (dp: 2.018) com glicerol e 46.27° (dp: 1.495) com diiodometano. Foi a tinta que apresentou o menor ângulo de contacto com a água e com o maior ângulo de contacto médio com o diiodometano.
- MegaPrimer – 85.11° (dp: 2.445) com água, 84.00° (dp: 2.901) com glicerol e 41.46° (dp: 1.786) com diiodometano. Foi a tinta com maior ângulo de contacto médio com água e com diiodometano.

Nas Figuras 34, 35, 36, 37 e 38 ilustram um ensaio de cada líquido para o grupo de amostras pintadas e para as diferentes tintas do grupo das amostras pintadas.

Comparando os três valores médios de ângulos de contacto dos três líquidos com as diferentes amostras conclui-se que o grupo das amostras não pintadas obteve valores:

- Superiores com diiodometano (apenas a tinta Procoat ultrapassa este valor);
- Inferiores com água e com glicerol (apenas a tinta Megamix obteve um valor médio inferior com o glicerol).

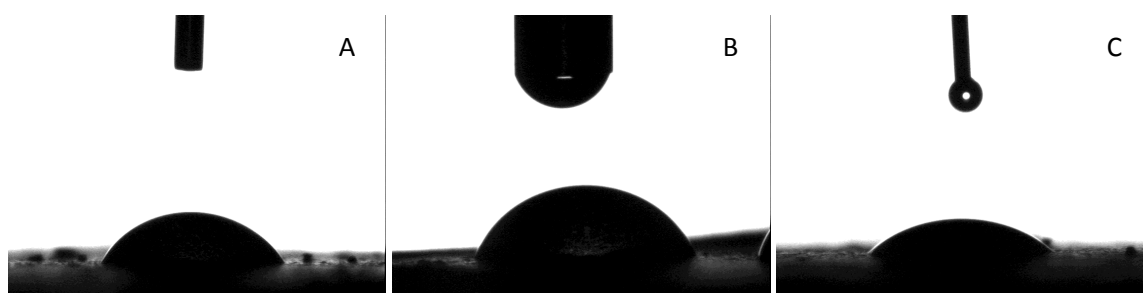


Figura 34 – Imagens de amostras sem pintura (A-I) com gotas de: A – Água; B – Glicerol; C – Diiodometano

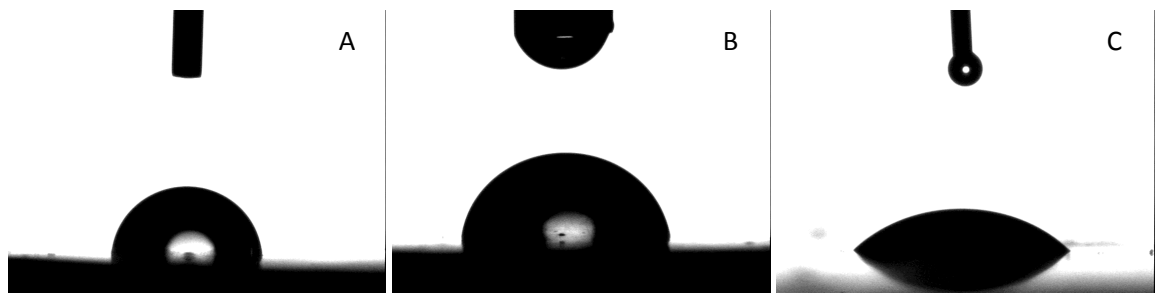


Figura 35 – Imagens de amostras com pintura Eastwood (A-II) com gotas de: A – Água; B – Glicerol; C – Diiodometano

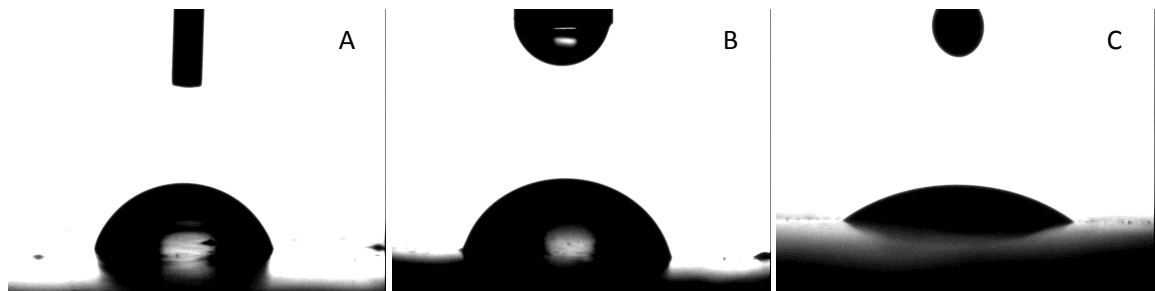


Figura 36 – Imagens de amostras com pintura Megamix (A-II) com gotas de: A – Água; B – Glicerol; C – Diiodometano

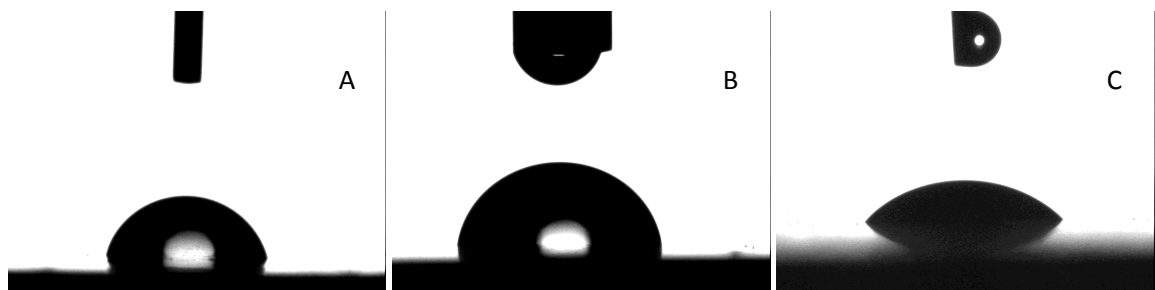


Figura 37 – Imagens de amostras com pintura Procoat (A-II) com gotas de: A – Água; B – Glicerol; C – Diiodometano

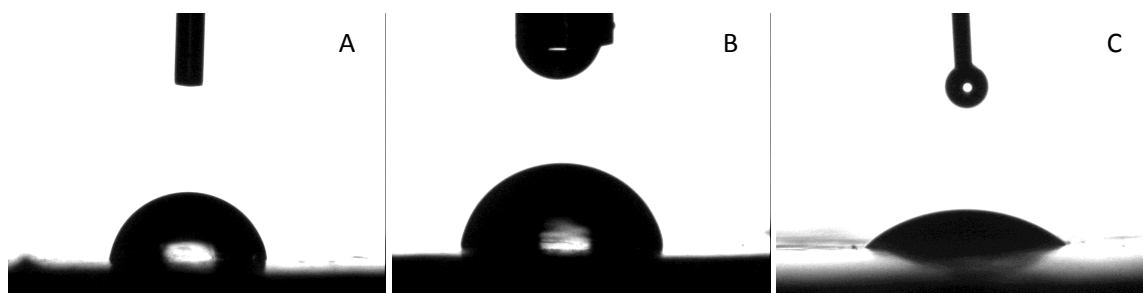


Figura 38 – Imagens de amostras com pintura Megaprimer (A-II) com gotas de: A – Água; B – Glicerol; C – Diodometano

Ao contrário dos ensaios com a água e com o glicerol os resultados relativos ao ângulo de contacto do diiodometano apresentaram distribuições normais, tanto nas amostras não pintadas como nas pintadas. Aplicaram-se testes não paramétricos de Mann-Whitney para comparar cada líquido com as amostras não pintadas e amostras pintadas. Aplicaram-se os testes não paramétricos de Kruskal-Wallis, para comparar diferenças entre tintas.

- O ângulo de contacto com a água das amostras não pintadas é inferior às amostras pintadas, diferença esta de 25.22° , estatisticamente significativa ($p=0.01$). Esta diferença verificada é a maior entre os três líquidos. Nas amostras pintadas o ângulo de contacto foi próximo e comparando as diferentes tintas por ordem crescente do ângulo de contacto temos: Procoat, Megamix, Eastwood e Megaprimer. Estas diferenças apesar de pequenas foram estatisticamente significativas ($p<0.05$).
- O ângulo de contacto com o glicerol das amostras não pintadas é inferior às amostras pintadas, diferença esta de 4.01° , estatisticamente significativa ($p=0.01$). Nas amostras pintadas o ângulo de contacto foi próximo das não pintadas e comparando as diferentes tintas por ordem crescente do ângulo de contacto temos: Megamix, Eastwood, Procoat e Megaprimer. Estas diferenças apesar de pequenas foram estatisticamente significativas ($p<0.05$).
- O ângulo de contacto com o diiodometano das amostras não pintadas é superior às amostras pintadas, diferença esta de 3.1° , estatisticamente significativa ($p=0.001$). Esta diferença é a menor para os três líquidos. Nas amostras pintadas o ângulo de contacto foi próximo das não pintadas e comparando as diferentes tintas por ordem crescente do ângulo de contacto temos: Megamix, Eastwood, Procoat e Megaprimer. Estas diferenças apesar de pequenas foram estatisticamente significativas ($p<0.05$).

Através do método de Owens-Wendt-Rabel and Kaelble e utilizando as médias dos ângulos de contacto dos três líquidos analisados, obteve-se a tensão superficial, componente dispersiva e componente polar. O resultados são apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 – Valores médios de ângulo de contacto (água, glicerol, diiodometano), tensão superficial, componente dispersiva e componente polar em amostras do grupo A-I e A-II

Grupo	Tinta	Ângulo de contacto			Tensão de Superfície (mN/m)	Componente dispersiva	Componente polar
		Água	Glicerol	Diiodometano			
A-I	Sem pintura	55.66	77.52	45.98	38.69	24.73	13.96
A-II	Eastwood	83.90	82.08	43.15	36.67	33.77	2.89
	MegaMix	78.69	76.14	40.62	38.51	33.82	4.69
	Procoat	75.81	83.91	46.27	34.72	29.48	5.24
	MegaPrimer	85.11	84.00	41.46	37.32	35.07	2.25
	Média	80.88	81.53	42.88	36.81	33.04	3.77

As amostras não pintadas (grupo A-I) obtiveram uma tensão superficial de 38.69mN/m, uma componente dispersiva de 24.73 e uma componente polar de 13.96.

As amostras pintadas (grupo A-II) obtiveram uma tensão superficial média de 36.81mN/m, uma componente dispersiva média de 33.04 e uma componente polar média de 3.77. Para cada tinta, especificamente, obtiveram-se os seguintes valores:

- Eastwood – tensão superficial de 36.67mN/m, componente dispersiva de 33.77 e componente polar de 2.89;
- Megamix – tensão superficial de 38.51mN/m, componente dispersiva de 33.82 e componente polar de 4.69;
- ProCoat – tensão superficial de 34.72mN/m, componente dispersiva de 29.48 e componente polar de 5.24;
- MegaPrimer – tensão superficial de 37.32mN/m, componente dispersiva de 35.07 e componente polar de 2.25.

Comparativamente a cada tinta do grupo das amostras pintadas, grupo das amostras não pintadas, A-I, obteve um valor superior de tensão superficial e de componente polar, e um valor inferior de componente dispersiva. No grupo das amostras pintadas, A-II, a tinta com:

- Maior valor de tensão superficial foi a Megamix e com menor foi a Procoat;
- Maior valor de componente dispersiva foi a Megaprimer e com menor foi a Procoat;
- Maior valor de componente polar foi a Procoat e com menor foi a Megaprimer.

A molhabilidade da superfície com água foi maior para amostras não pintadas, comparativamente às amostras pintadas. Nas amostras pintadas a molhabilidade com água foi maior para a tinta Procoat, seguida da tinta Megamix, da Eastwood e, por último, da tinta Megaprimer.

A molhabilidade com glicerol foi maior para as amostras não pintadas, comparativamente às amostras pintadas (excetuando a tinta Megamix). Nas amostras pintadas a molhabilidade com o glicerol foi maior para a tinta Megamix, seguida da tinta Eastwood, da Procoat e, por último, da Megaprimer.

Por último, verificou-se que a molhabilidade com diiodometano foi maior para as amostras não pintadas, seguidas das amostras pintadas com a tinta Megamix, seguida da tinta Megaprimer, da Eastwood e da Procoat.

3.1.6. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)

A visualização em microscopia electrónica de varrimento permitiu fazer uma análise descritiva com vista à caracterização das diferentes superfícies das amostras, tanto na forma A como na B.

Genericamente, as amostras não pintadas apresentavam uma superfície uniformemente rugosa e irregular, com a presença de metal deformado superficialmente (Figura 39). Não se detetaram fendas nem fraturas de metal.

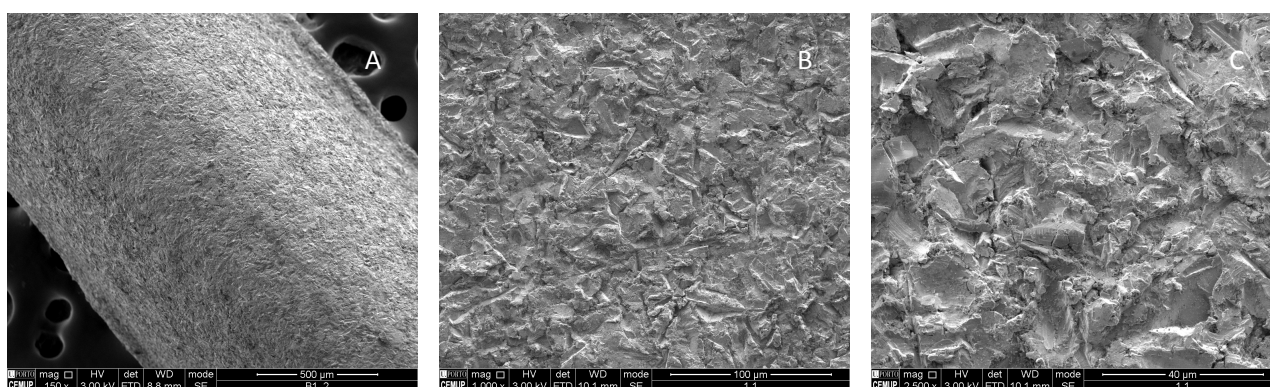


Figura 39 – Imagem de MEV de amostras: A – Tipo B sem pintura (grupo B-II), magnificação: 150x; B e C – Tipo A sem pintura (A-I), magnificação: 1000x e 1500x

Relativamente às amostras pintadas, as superfícies observadas foram descritas como:

- Eastwood – lisa, mesmo em grandes ampliações, mas com algumas saliências de tinta e metal (Figura 40).
- Megamix – lisa, com pequenas porosidades (Figura 41).
- Procoat – lisa, com pequenas e médias porosidades (Figura 42).
- Megaprimer – porosa em pequenas ampliações e com pequenas, médias e grandes porosidades (Figura 43).

As porosidades são observadas em grandes ampliações.

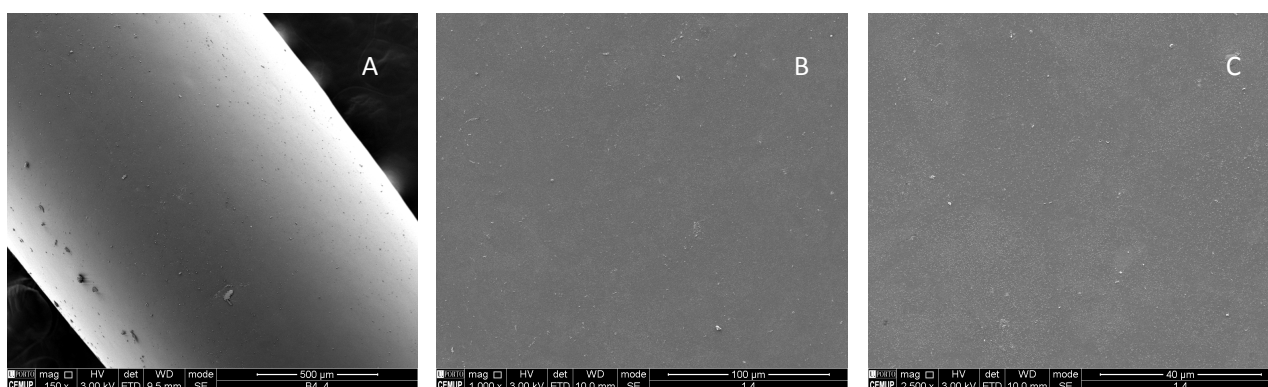


Figura 40 – Imagem de MEV de amostras: A – Tipo B com pintura Eastwood (grupo B-IV), magnificação: 150x; B e C – Tipo A com pintura Eastwood (A-II), magnificação: 1000x e 2500x

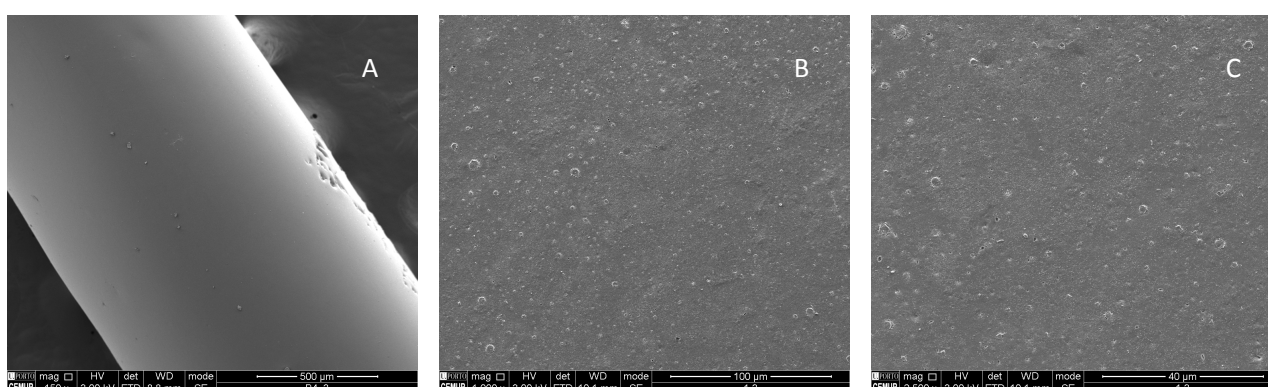


Figura 41 – Imagem de MEV de amostras: A – Tipo B com pintura Megamix (grupo B-IV), magnificação: 150x; B e C – Tipo A com pintura Megamix (A-II), magnificação: 1000x e 2500x

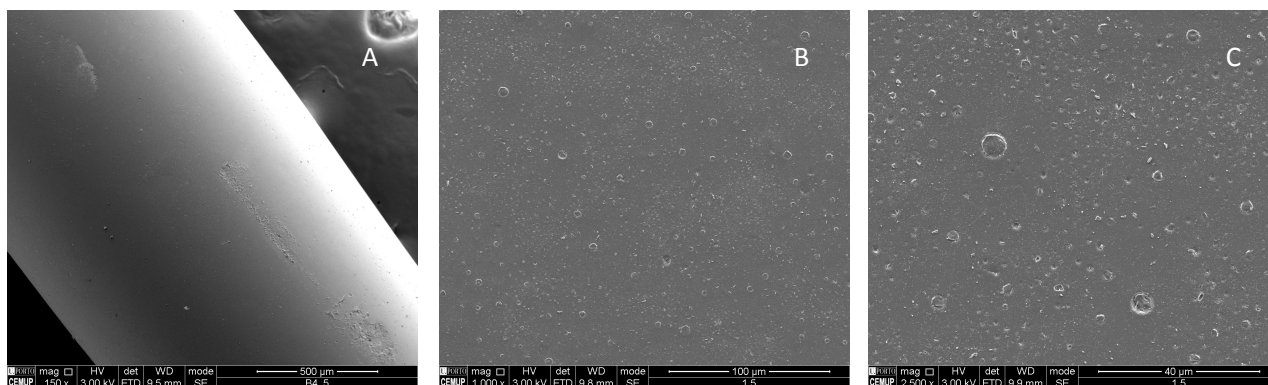


Figura 42 – Imagem de MEV de amostras: A – Tipo B com pintura Procoat (grupo B-IV), magnificação: 150x; B e C – Tipo A com pintura Procoat (A-II), magnificação: 1000x e 2500x

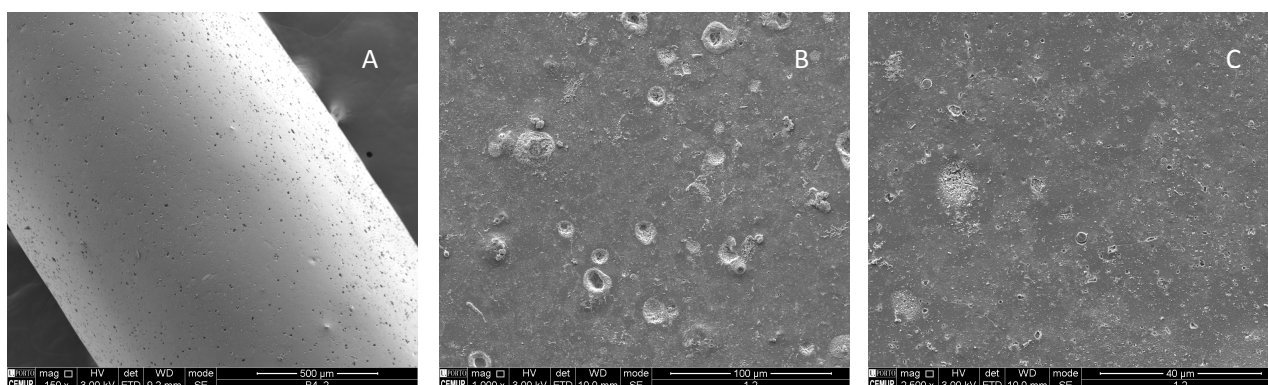


Figura 43 – Imagem de MEV de amostras: A – Tipo B com pintura Megaprimer (grupo B-IV), magnificação: 150x; B e C – Tipo A com pintura Megaprimer (A-II), magnificação: 1000x e 1500x

Genericamente, as amostras não pintadas apresentaram uma superfície mais rugosa e irregular que as amostras pintadas. Por sua vez, as amostras pintadas apresentaram uma superfície mais uniforme, sendo mais lisa na tinta Eastwood, e com porosidades maiores na tinta Megaprimer. Em nenhuma das tintas foram observadas fendas, fraturas, fissuras ou descolamentos de tinta.

3.1.7. Citocompatibilidade

As culturas celulares de fibroblastos não foram inibidas pelas amostras e proliferaram. Não se detetaram diferenças, em termos de proliferação e viabilidade, entre as amostras pintadas (grupo

A-II) e pintadas com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III). Em relação às amostras não pintadas (grupo A-I) a resposta proliferativa foi menor que no grupo A-II e A-III.

As culturas celulares fibroblásticas (linha celular HGF-1) foram estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas, durante sete dias. Os materiais colonizados foram avaliados relativamente à adesão, viabilidade/proliferação celular e expressão da *fibroblastic specific protein 1* (FSP-1).

Relativamente à viabilidade/proliferação celular, avaliada pelo ensaio do MTT, verificou-se um aumento do número de células na superfície das amostras não pintadas, ao longo do tempo de cultura (Figura 44). De forma análoga, as amostras pintadas com as diversas tintas, demonstraram também um aumento do número de células, com o tempo de cultura, como é observável na Figura 44, em que se apresentam imagens representativas das superfícies colonizadas com as células fibroblásticas, nos diferentes tempos de cultura.

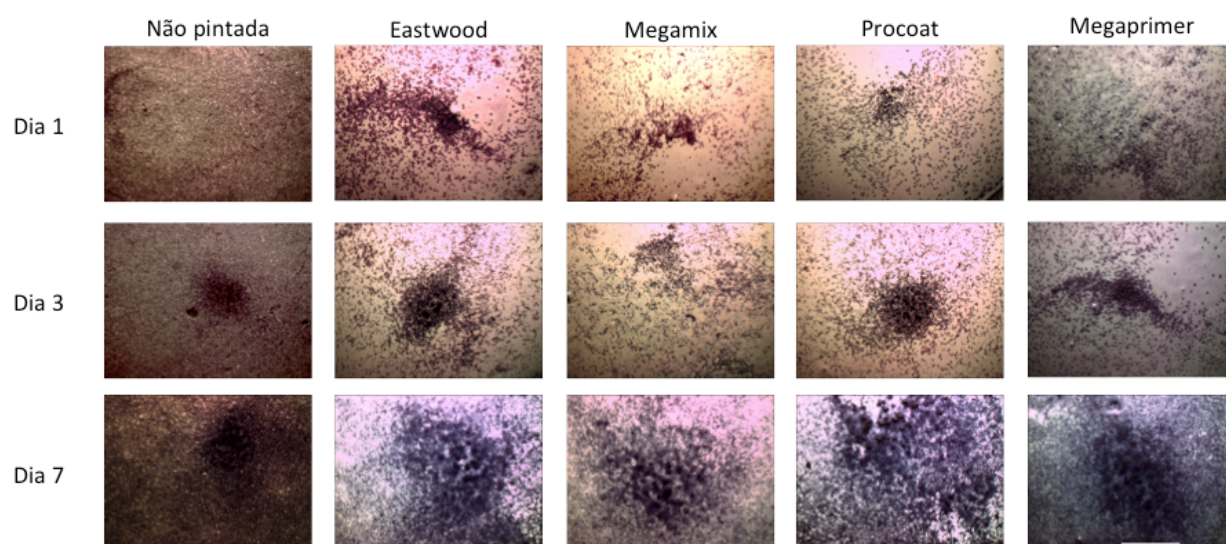


Figura 44 – Imagens macroscópicas representativas das culturas fibroblásticas estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas, ao longo de 7 dias. As culturas foram incubadas com MTT durante 4 horas. A barra de escala corresponde a 750mm

Com a determinação da absorvância do produto de redução do MTT verificou-se o aumento progressivo dos valores, ao longo do tempo, nas amostras não pintadas. Comparativamente, as amostras pintadas com a tinta Eastwood apresentaram um comportamento semelhante, sem diferenças estatisticamente significativas. As culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas com as tintas Megamix, Procoat e Megaprimer apresentaram valores superiores para a redução do MTT, com diferenças estatisticamente significativas, em todos os tempos avaliados (Figura 45).

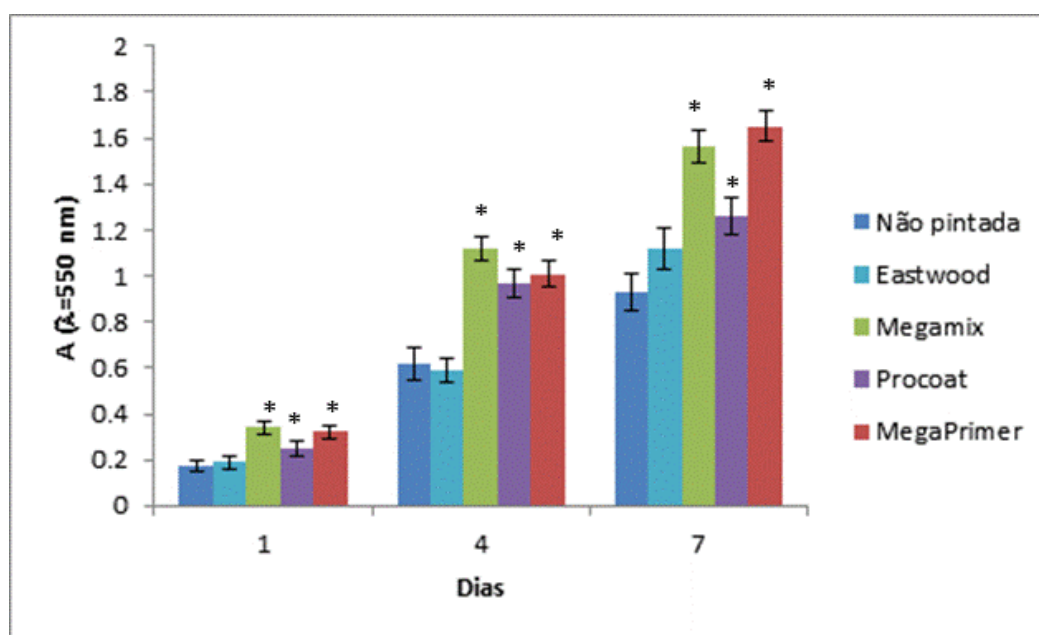
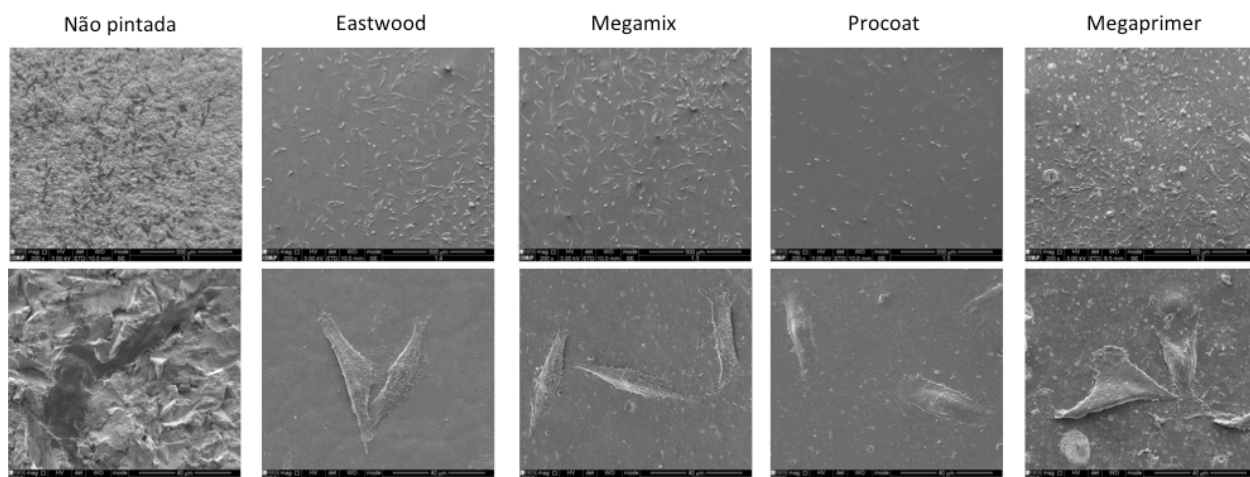


Figura 45 – Viabilidade/proliferação celular das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas. Valores da absorvância obtidos por redução do MTT. * - valores estatisticamente significativos em relação às amostras não pintadas ($p < 0.05$).

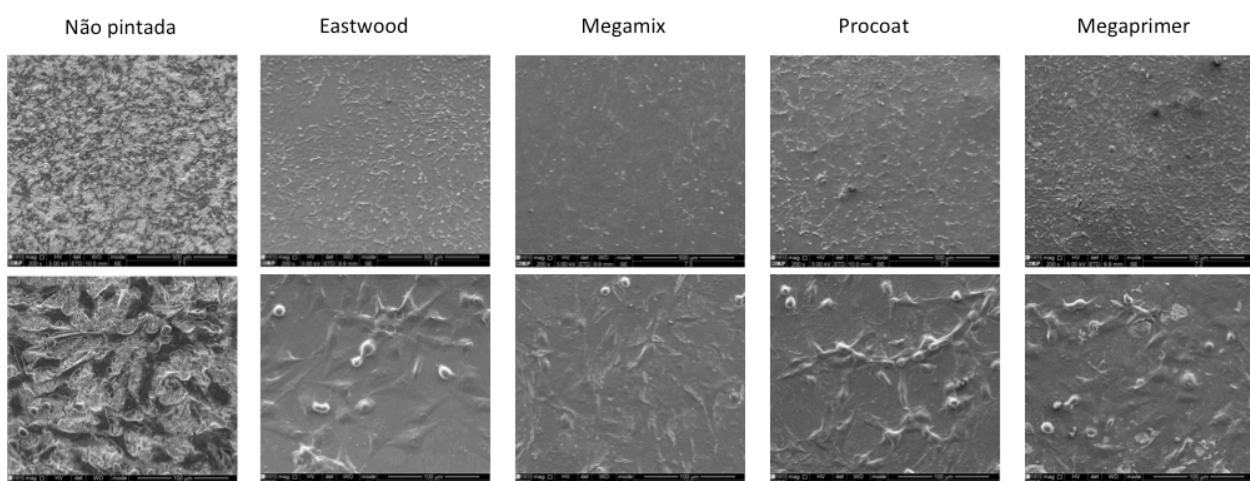
As amostras não pintadas e pintadas, colonizadas com células fibroblásticas foram também avaliadas por MEV, por forma a caracterizar a morfologia e proliferação celulares ao longo do tempo. Nas Figuras 46 e 47 são apresentadas imagens representativas das culturas estabelecidas sobre as amostras, aos dias um e sete de cultura.

Ao primeiro dia de cultura, nas amostras não pintadas, verificou-se uma distribuição adequada das células fibroblásticas, adequadamente dispersas pela superfície do substrato. Na imagem de grande ampliação verifica-se que as células apresentam uma morfologia caracteristicamente alongada, com um espalhamento adequado do corpo celular com pequenos prolongamentos citoplasmáticos, evidenciando uma boa adesão ao substrato. Nas amostras pintadas com a tinta Megaprimar, Megamix e Eastwood, verificou-se também uma boa distribuição das células na superfície das amostras pintadas com uma morfologia alongada, caracteristicamente fibroblástica. Nas amostras pintadas com a tinta Procoat, verificou-se, qualitativamente, um menor número de células na superfície da amostra e uma morfologia menos alongada, com uma menor expressão de prolongamentos citoplasmáticos, comparativamente com as células cultivadas na superfície das amostras pintadas com as outras tintas.



Dia 1

Figura 46 – Imagens de MEV, representativas das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas, após 1 dia.



Dia 7

Figura 47 – Imagens de MEV, representativas das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas, após 7 dias.

Ao sétimo dia de cultura, nas amostras não pintadas verificou-se a presença de numerosas células com uma morfologia caracteristicamente alongada. As amostras pintadas com a tinta Procoat aparentaram um desempenho semelhante, com uma organização celular e morfologia idênticas às verificadas nas amostras não pintadas. As amostras pintadas com a Eastwood aparentaram a presença de um número de células mais elevado, contudo, sem se verificar o recobrimento da superfície, de forma completa. Este comportamento, a organização das células em monocamada, verificou-se na superfície das amostras Megaprimer e Megamix, demonstrando a elevada proliferação celular que ocorreu na superfície destas amostras.

Com o intuito de caracterizar a atividade funcional das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas, foi avaliada a expressão do gene FSP1, através da técnica de PCR. Os resultados foram normalizados pela expressão do gene na amostra não pintada. Comparativamente, verificou-se que as culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas expressaram níveis mais elevados de FSP1. Foram observadas diferenças estatisticamente significativas para as amostras pintadas com a tinta Megamix, Procoat e Megaprimer (Figura 48).

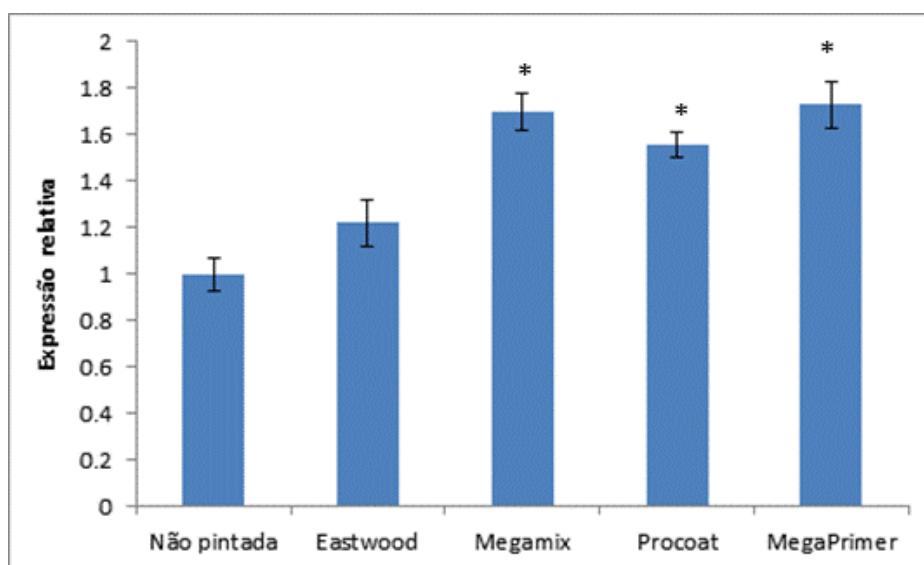


Figura 48 – Expressão do gene da FSP1, nas culturas fibroblásticas estabelecidas na superfície das amostras pintadas e não pintadas, ao longo de 7 dias. * - valores estatisticamente significativos em relação às amostras não pintadas ($p < 0.05$).

A análise estatística para se verificarem diferenças entre amostras pintadas com a tinta Procoat (grupo A-II) e amostras pintadas com a tinta Procoat com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III) foi realizada aplicando testes não paramétricos de Kruskal-Wallis e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas ($p < 0.05$).

3.2. Avaliação com envelhecimento

Como referido anteriormente, os efeitos do envelhecimento foram estudados em amostras não pintadas e pintadas com a tinta Procoat (M0-858-9210-004EPOSSIPOL - Microfree I, ProCoat®, Maia, Portugal).

3.2.1. Termociclagem

As amostras pintadas com a tinta Procoat após a termociclagem (grupo A-III e B-III), não apresentaram fraturas, fissuras ou descolamento da tinta, aquando da visualização a olho nu. Apenas se observaram umas ligeiras manchas amareladas (Figura 49).

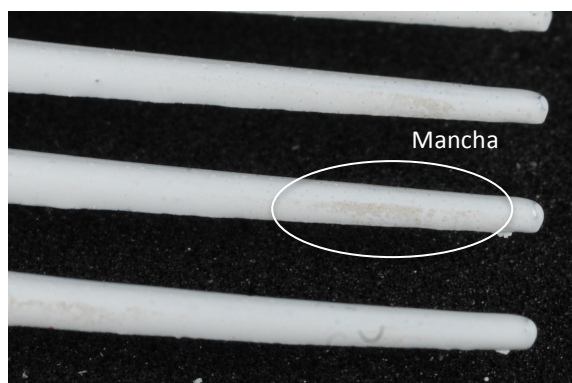


Figura 49 – Amostra B pintada após termociclagem

3.2.2. Fadiga mecânica

As amostras tipo B, após o teste de fadiga mecânica (Figura 50) apresentaram uma ligeira deformação no sentido da força aplicada, mas não sofreram fraturas. As amostras pintadas mantiveram o recobrimento. O grupo B-IV (amostras com recobrimento e sem fadiga mecânica) foi usado para o controlo das amostras pintadas e o grupo B-I (amostras sem pintura) para o controlo da liga.

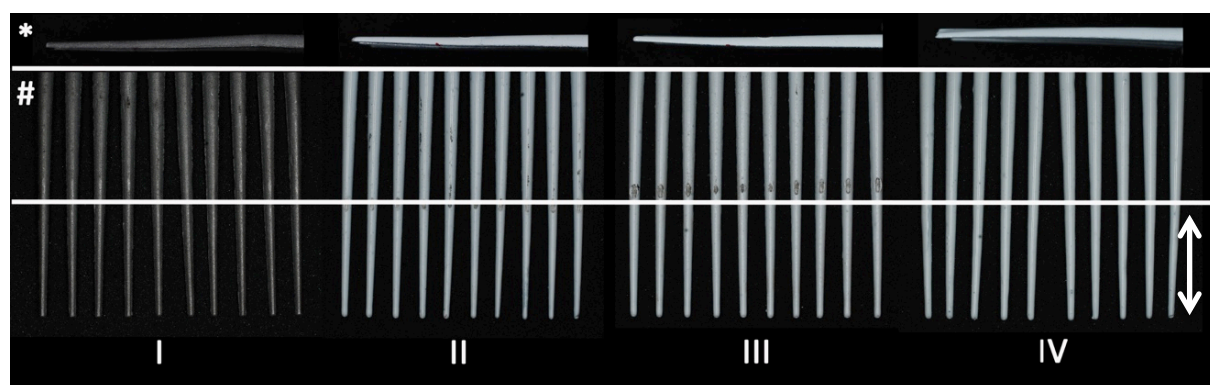


Figura 50 – Amostras B depois dos testes de fadiga mecânica – grupos B-I, B-II, B-III ; Controlo – grupo B-IV

* vista lateral; # vista superior

3.2.3. Macroscopia

Na Tabela 15 apresentam-se os resultados das observações macroscópicas das amostras não pintadas e com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-I), pintadas e com envelhecimento de fadiga mecânica (grupo B-II) e pintadas com envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica (grupo B-III).

Tabela 15 – Resultados das análises macroscópicas das amostras com fadiga mecânica: não pintadas, pintadas com Procoat, e pintadas com Procoat e com envelhecimento por termociclagem

Amostras			Fissuras			Ausência de tinta			Defeitos Liga			Defeitos tinta			Mancha		
Grupo	Tinta	Amostra	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta
B-I		1	0	0	0				0	0	1						
		2	0	0	0				1	0	0						
		3	0	0	0				0	1	0						
		4	0	0	0				0	0	0						
		5	0	0	1				0	0	1						
B-II	Procoat	1	1	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		2	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	0
		3	0	0	0	0	1	1				0	0	1	0	0	0
		4	0	0	0	0	1	1				0	0	0	0	0	0
		5	0	0	1	0	0	1				0	0	0	0	0	0
B-III		1	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	1
		2	0	0	0	0	0	1				0	0	0	1	1	1
		3	0	0	0	0	0	1				0	0	0	0	0	1
		4	0	1	0	0	0	1				1	0	0	1	1	1
		5	1	0	0	0	0	1				0	1	0	0	0	0

Macroscopicamente observou-se que:

- No grupo das amostras não pintadas, B-I, uma das amostras apresentava uma fissura na base; quatro amostras apresentavam defeitos na liga (depressões e saliências), um na ponta, um no meio e dois na base;
- No grupo B-II, duas das amostras apresentavam fissuras (uma na ponta e outra na base); as cinco amostras apresentavam áreas de ausência de tinta (cinco na ponta e duas no meio); uma amostra apresentava um defeito de tinta na ponta; nenhuma amostra apresentava manchas.
- No grupo B-III, uma amostra apresentava uma fissura na base; as cinco amostras apresentavam áreas de ausência de tinta (cinco na ponta); duas amostras apresentavam um defeito de tinta (uma na ponta e outra no meio); quatro amostras apresentavam manchas amareladas (duas na ponta e duas na ponta, meio e base).

Em resumo, o grupo B-II foi o grupo que apresentou mais áreas de ausência de tinta e mais fissuras, e o grupo B-III apresentou mais áreas de defeitos de tinta e foi o único a apresentar manchas amareladas.

3.2.4. Rugosidade

A Tabela 16 apresenta os resultados da rugosidade (Ra e Rmax) das amostras pintadas com a tinta Procoat após envelhecimento por termociclagem .

Tabela 16 – Valores de Rugosidade (Ra e Rmax) para amostras pintadas com Procoat e com envelhecimento por termociclagem

Grupo	Tinta	Amostra	Ra (μm)	Rmax (μm)
A-III (pintado com envelhecimento)	Procoat	1	0.10	1.14
		2	0.11	1.19
		3	0.10	0.80
		4	0.24	2.10
		5	0.32	4.68
		6	0.17	2.16
		7	0.14	1.09
		8	0.10	0.88
		9	0.09	0.73
		Média	0.15	1.64

As amostras do tipo A pintadas com a tinta Procoat, após envelhecimento por termociclagem, apresentaram valores médios de Ra médios de 0.15 μ m (dp: 0.079) e de Rmax 1.64 μ m (dp: 1.254).

3.2.5. Espectrofotometria

A Tabela 17 apresenta os resultados obtidos na análise de cor das amostras pintadas com a tinta Procoat após envelhecimento por termociclagem.

Tabela 17 – Valores de espectrofotometria (CIE L*a*b*) em amostras do grupo A-III

Grupo	Tinta	Amostra	CIE L*a*b*		
			L*	a*	b*
A-III (pintado com envelhecimento)	Procoat	1	91.952	-2.291	-1.300
		2	92.126	-2.227	-1.221
		3	92.015	-2.243	-1.227
		4	92.009	-2.197	-1.178
		5	91.800	-2.204	-1.233
		6	91.811	-2.221	-1.233
		7	91.108	-2.193	-1.647
		8	92.173	-2.224	-1.125
		9	92.161	-2.286	-1.150
		Média	91.906	-2.232	-1.257

As amostras pintadas com a tinta Procoat após envelhecimento por termociclagem apresentaram valores médios de L* 91.906 (dp: 0.329), de a* -2.232 (dp: 0.036) e de b* -1.257 (dp:0.155).

Tabela 18 – Valores de médios espectrofotometria CIE L*a*b* e cor RAL em amostras do grupo A-III

Grupo	Tinta	CIE L*a*b*			Cor RAL	n
		L*	a*	b*		
A-III	Procoat	91.906	-2.232	-1.257	9002/9003/9010/9016	9

Neste grupo das amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III), obtiveram-se valores médios de (L^* , a^* , b^*) compatíveis com a cor observada (bege/branco) e valores de RAL de 9002, 9003, 9010 e 9016, como demonstrados na Tabela 18.

3.2.6. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)

A superfície das amostras tipo B pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-II) apresentava-se lisa, mas com a presença de algumas saliências de tinta e metal, e detritos inerentes ao teste mecânico, como exemplificado na Figura 51. Não se detetaram fendas, nem fraturas ou fissuras.

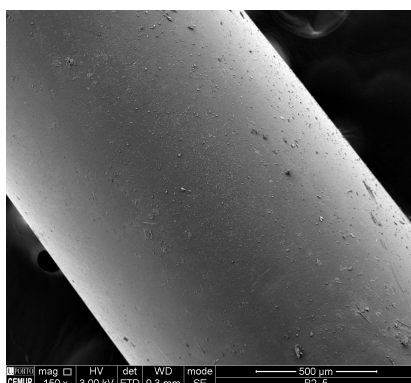


Figura 51 – Imagem de MEV de amostras tipo B com pintura Procoat e com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-II); Base, magnificação: 150x

Nas amostras tipo A pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III), a superfície apresentava-se lisa, mas com a presença de pequenas e médias porosidades em grandes ampliações, como exemplificado na Figura 52. No entanto, em algumas áreas detetaram-se microfissuras, como ilustrado na Figura 53. Não foram observadas áreas com descolamento de tinta (bossas).

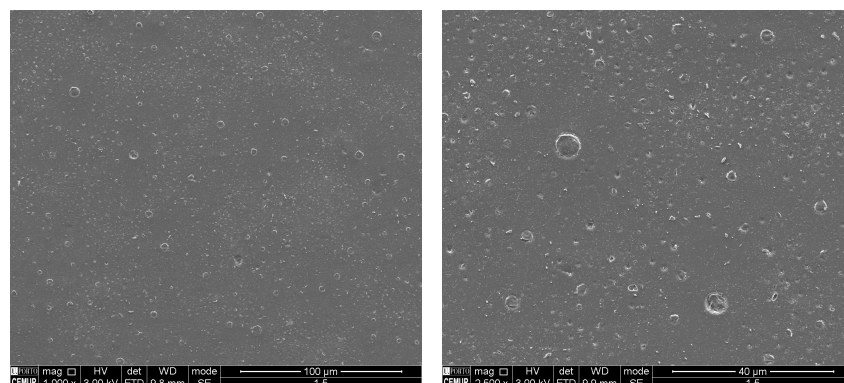


Figura 52 – Imagem de MEV de amostras tipo A com pintura Procoat e com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo A-III), magnificação: 1000x e 1500x

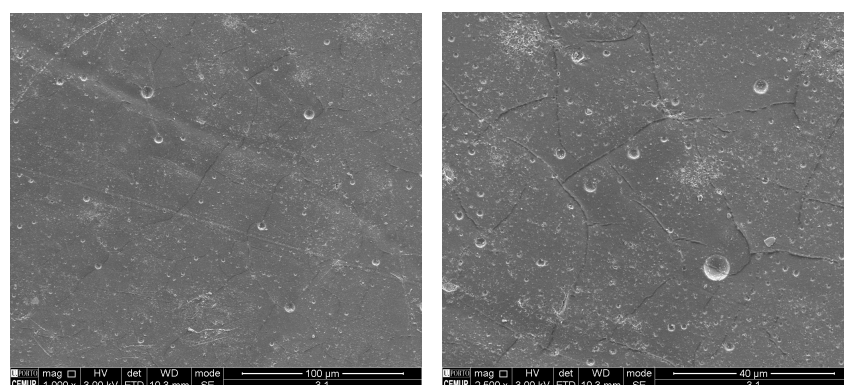


Figura 53 – Imagem de MEV de amostras tipo A com pintura Procoat e com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo A-III) – áreas com microfissuras, magnificação: 1000x e 1500x

A superfície das amostras tipo B pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica (grupo B-III) apresentava-se lisa, mas com a presença de algumas saliências de tinta e metal, e detritos inerentes ao teste mecânico, como exemplificado na Figura 54. Foram detetadas microfissuras em toda a amostra do grupo B-III, sendo mais frequentes e maiores na base, e semelhantes entre o meio e a ponta. Observaram-se algumas áreas de descolamento da tinta (bossas) e não se detetaram fraturas.

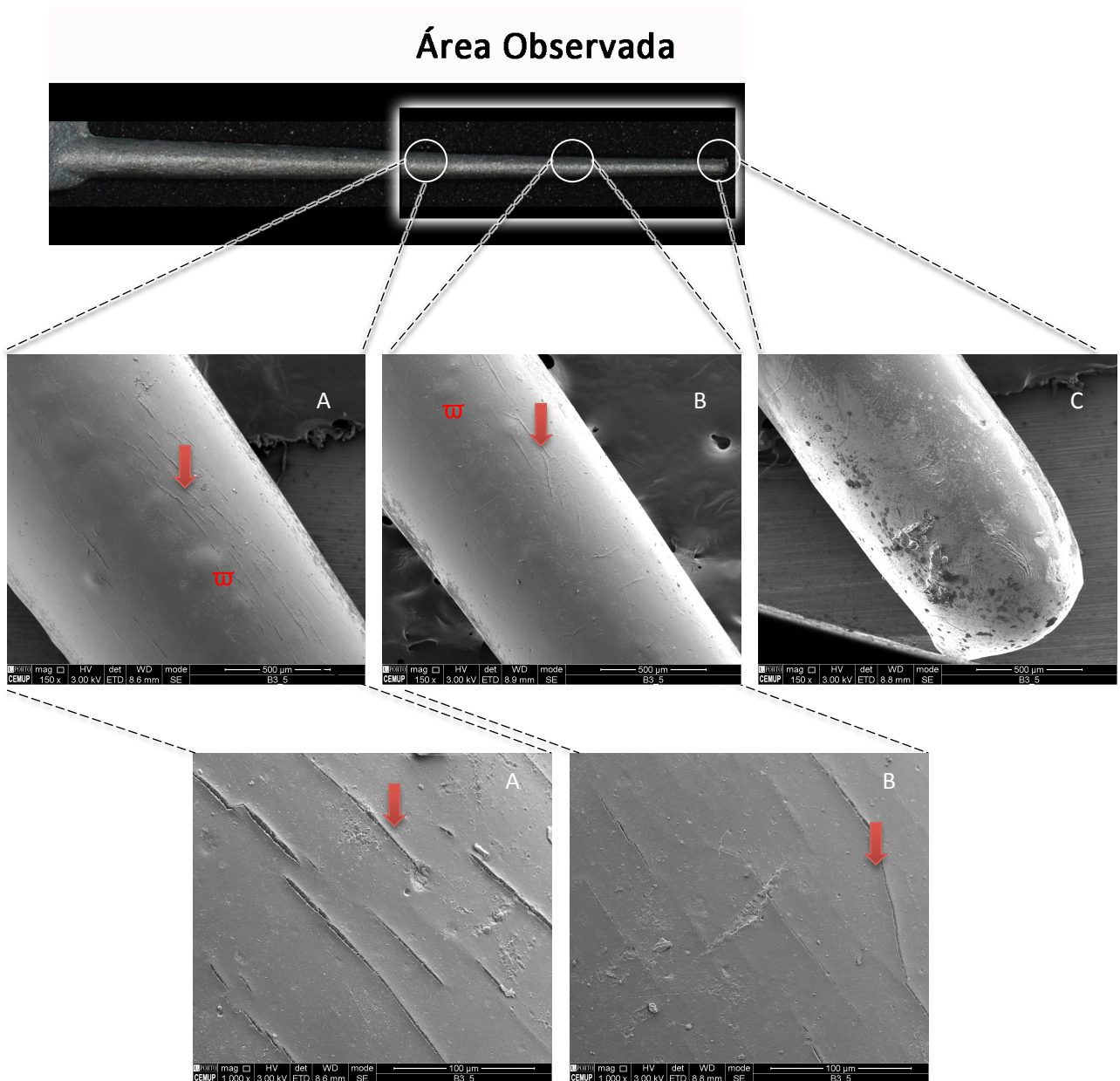


Figura 54 – Imagem de MEV de amostras tipo B com pintura Procoat e com envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica (grupo B-III); A – base com magnificação: 150x e 100x; B – meio com magnificação: 150x e 1000x; C – ponta com magnificação 150x; ↓ microfissuras; W bossas

3.2.7. Citocompatibilidade

As culturas celulares fibroblásticas foram estabelecidas na superfície das amostras submetidas ao processo de envelhecimento, durante sete dias. Os materiais colonizados foram avaliados relativamente à adesão, viabilidade/proliferação celular e expressão da *fibroblastic specific protein 1* (FSP-1), e comparados com os resultados obtidos com as culturas estabelecidas na superfície dos materiais não submetidos ao processo de envelhecimento.

Relativamente à viabilidade/proliferação celular, avaliada pelo ensaio do MTT, verificou-se um aumento dos valores de redução do MTT ao longo do tempo de cultura, em ambas as condições experimentais – amostras não submetidas a envelhecimento e amostras submetidas a envelhecimento (Figura 55). Comparativamente, verificou-se um valor de redução do MTT superior nas culturas estabelecidas nas amostras submetidas a envelhecimento, com diferenças estatisticamente significativas, quando comparadas com as amostras não envelhecidas, para os diferentes tempos de cultura.

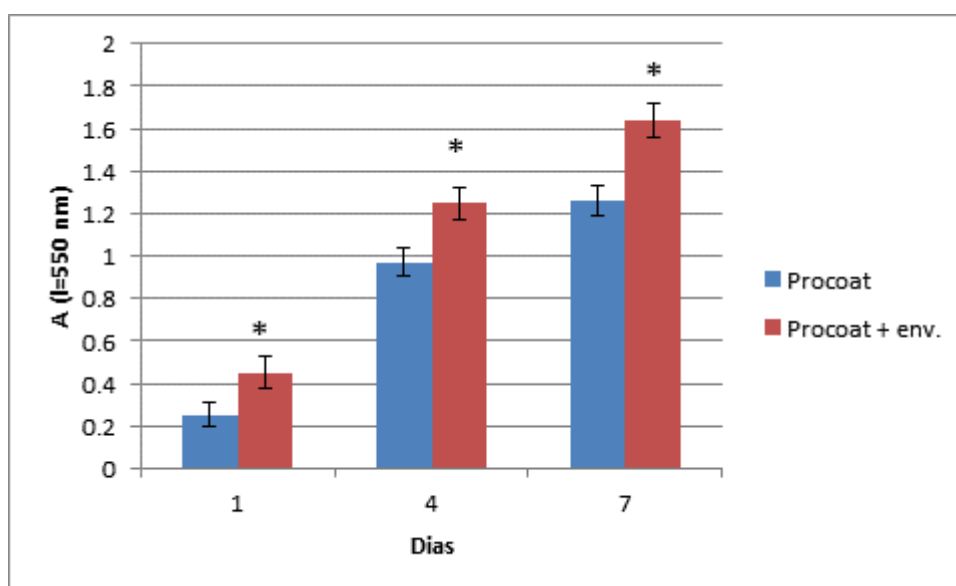


Figura 55 – Viabilidade/proliferação celular das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas com Procoat e amostras pintadas com Procoat e com envelhecimento. Valores da absorvância obtidos por redução do MTT. * – valores estatisticamente significativos ($p < 0.05$) em relação às amostras pintadas com Procoat

Na análise das micrografias de MEV, ao dia um, observaram-se mais células na superfície das amostras submetidas ao processo de envelhecimento e que estas apresentavam uma morfologia mais alongada e poligonal, com inúmeros prolongamentos citoplasmáticos e filopódia, característicos de uma boa adesão ao substrato (Figura 56).

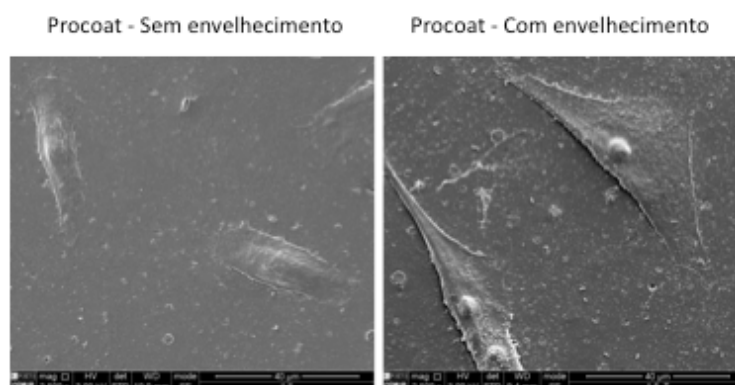


Figura 56 – Imagens de MEV, representativas das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas com Procoat (sem envelhecimento) e pintadas com Procoat e com envelhecimento, após 1 dia.

Ao terceiro dia, nas amostras não submetidas ao processo de envelhecimento, verificou-se a presença de um número mais elevado de células que ao dia um, sendo no entanto visível a presença de distintas morfologias celulares: células alongadas com extensos prolongamentos citoplasmáticos mas também diversas células com uma morfologia mais esférica. Nas amostras submetidas a envelhecimento, verificou-se a presença de células com uma morfologia alongada e um grande volume citoplasmático. Uma grande área da superfície do substrato encontrou-se recoberta por células (Figura 56). Ao dia sete, nas amostras não envelhecidas, verificou-se uma elevada densidade celular com células com morfologia alongada. No entanto, a superfície da amostra não se encontrava completamente revestida pela camada celular enquanto que, nas amostras submetidas ao processo de envelhecimento, era notória a organização celular em multicamadas, associada a um extenso processo de proliferação celular (Figura 57).

No que se refere à expressão da FSP-1, verificou-se que, nas culturas estabelecidas das amostras submetidas ao processo de envelhecimento, ocorreu uma expressão significativamente mais elevada deste gene, aos sete dias de cultura, em comparação com as culturas estabelecidas nas amostras não envelhecidas (Figura 58).

A análise estatística para se verificarem diferenças entre amostras pintadas com a tinta Procoat (grupo A-II) e amostras pintadas com a tinta Procoat com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III) foi realizada aplicando testes não paramétricos de Mann-Whitney e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas ($p < 0.05$ – Figura 58).

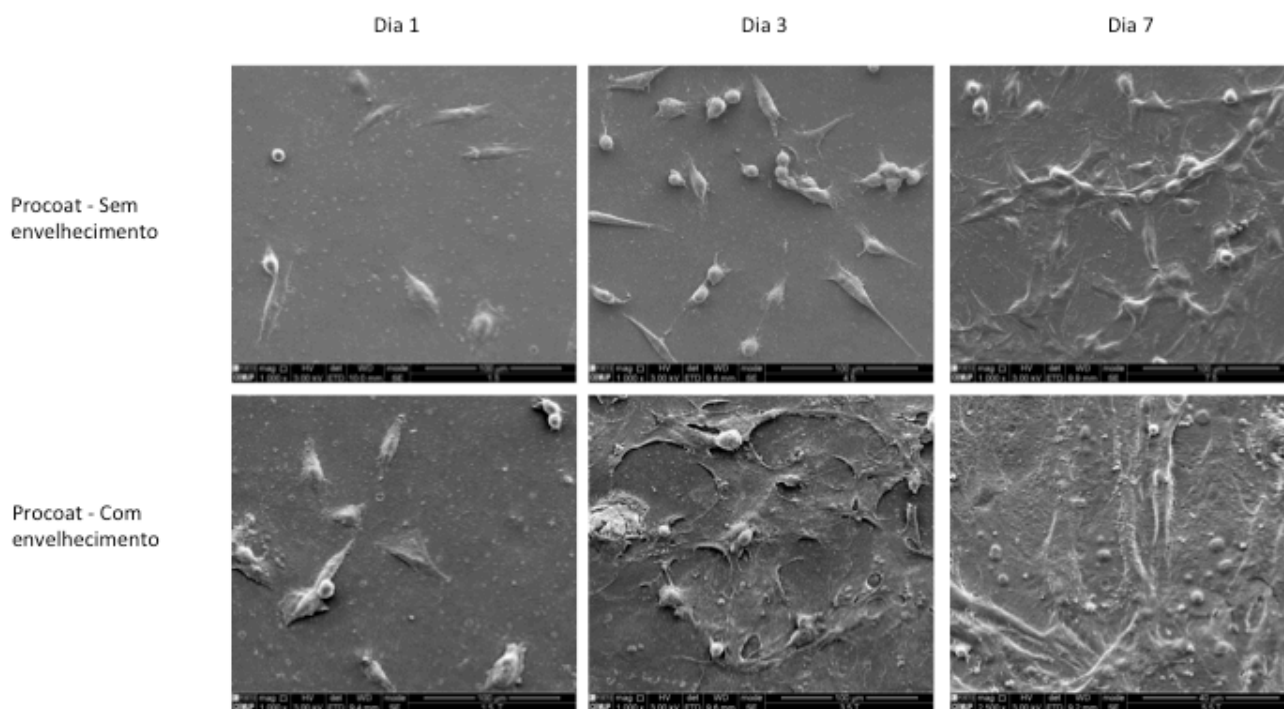


Figura 57 – Imagens de MEV, representativas das culturas estabelecidas na superfície das amostras pintadas com Procoat (sem envelhecimento) e pintadas com Procoat e com envelhecimento, após o dia 1, o dia 3 e o dia 7.

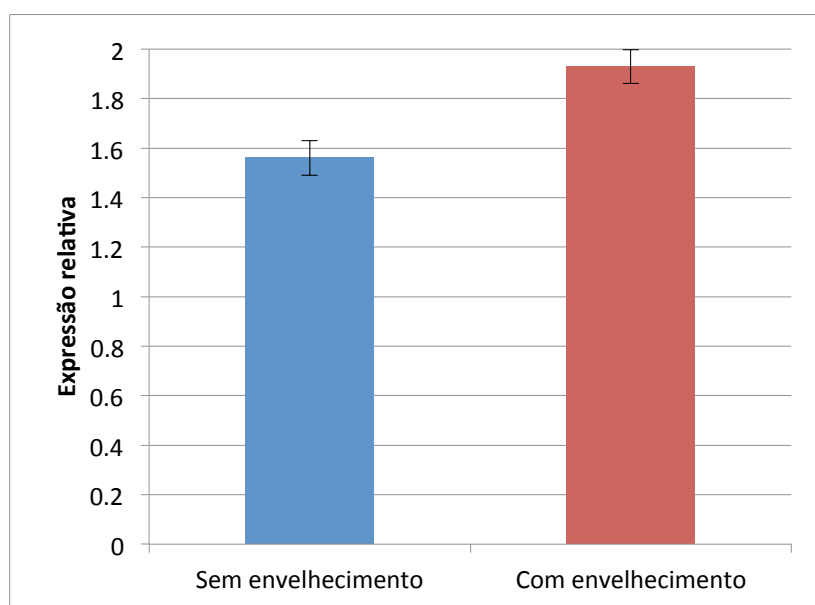


Figura 58 – Expressão do gene da FSP1, nas culturas fibroblásticas estabelecidas na superfície das amostras pintadas com Procoat (sem envelhecimento) e pintadas com Procoat e com envelhecimento, ao longo de 7 dias.

* – valores estatisticamente significativos ($p < 0.05$) em relação às amostras pintadas com Procoat (sem envelhecimento).

3.3. Comparação entre amostras envelhecidas e sem envelhecimento

Para a comparação entre as amostras não pintadas (grupo A-I e B-I), pintadas (grupo A-II, B-IV) e pintadas com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III), pintadas com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-II) e pintadas com envelhecimento por fadiga mecânica e termociclagem (grupo B-III) foram usadas as médias dos resultados obtidos anteriormente.

3.3.1. Macroscopia

Na Tabela 19 são apresentados os resultados das observações macroscópicas das amostras não pintadas e com envelhecimento por fadiga mecânica (B-I), e pintadas com a tinta e com envelhecimento por fadiga mecânica (B-II) e por fadiga mecânica mais termociclagem (B-III).

Tabela 19 – Valores médios das observações feitas em macroscopia para amostras: não pintadas, pintadas com Procoat, pintadas com Procoat e com envelhecimento por fadiga mecânica e amostras pintadas com Procoat e com envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica

Amostras		Fissuras			Ausência de tinta			Defeitos Liga			Defeitos tinta			Mancha			n
Grupo	Tinta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	Base	Meio	Ponta	
B-I		0.0	0.0	0.2				0.2	0.2	0.2							5
B-II	Procoat	0.2	0.0	0.0	0.0	0.4	1.0				0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	5
B-III		0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	1.0				0.2	0.2	0.0	0.4	0.4	0.8	5
B-IV		0.0	0.0	0.0	0.0	0.4	1.0				0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	5

As fissuras da tinta apresentadas nas amostras tipo B foram em maior número nas amostras pintadas e com envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica (grupo B-III) e nulas nas amostras pintadas e sem envelhecimento (grupo B-IV).

As áreas de ausência de tinta foram semelhantes entre as amostras os grupos B-III e B-IV; as amostras do grupo B-II apresentaram mais duas áreas de ausência de tinta no meio. Os defeitos de tinta foram semelhantes nos grupos B-II e B-IV, e maiores, com mais uma área de defeitos de tinta, nas amostras do grupo B-III. As manchas apenas foram observadas nas amostras do grupo B-III.

3.3.2. Rugosidade

A média dos valores de rugosidade dos três grupos são apresentados na Tabela 20.

Tabela 20 – Valores médios da rugosidade (Ra e Rmax) para amostras não pintadas, pintadas e pintadas com envelhecimento

Grupo	Tinta	Ra (μm)	Rmax (μm)	n
A-I		1.73	15.65	9
A-II	Procoat	0.10	1.04	9
A-III	Procoat	0.15	1.64	9

As amostras não pintadas (grupo A-I) obtiveram os valores mais altos de Ra e Rmax, comparativamente às amostras pintadas (grupo A-II). A diferença média de Ra entre estas amostras é de 1.63 μm .

Nas amostras pintadas, as que sofreram envelhecimento por termociclagem (grupo A-III) apresentaram valores ligeiramente superiores de Ra e Rmax. A diferença média de Ra entre as estas amostras 0.05 μm .

A análise estatística demonstrou que as distribuições dos resultados da rugosidade das amostras pintadas com tinta Procoat e pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem não eram normais. Aplicaram-se testes não paramétricos de Mann-Whitney e verificou-se que não há diferenças estatisticamente significativas (Ra - $p=0.07$; Rmax - $p=0.161$).

3.3.3. Espectrofotometria

A Tabela 21 mostra os valores médios de espectrofotometria nos três grupos. Visualmente as amostras submetidas a este teste são apresentados na Figura 59.

No grupo das amostras não pintadas os valores médios de cor são compatíveis com a cor cinzenta e RAL 7004, 7030, 7036 e 7042. Comparativamente às amostras pintadas com a tinta da Procoat, os valores de L* foram mais para o preto, os de a* foram mais para o vermelho e os de b* foram mais para o amarelo.

Tabela 21 – Valores médios da espectrofotometria CIE L*a*b* e cores RAL correspondentes para amostras não pintadas, pintadas e pintadas com envelhecimento

Grupo	Tinta	CIE L*a*b*			Cor RAL	n
		L*	a*	b*		
A-I		60.371	0.037	2.917	7004/7030/7036/7042	9
A-II	Procoat	91.409	-2.224	-1.584	9002/9003/9010/9016	9
A-III	Procoat	91.906	-2.232	-1.257	9002/9003/9010/9016	9

L* - Variação da luminosidade desde o preto (0) até o branco (100); a* – Variação de verde (-) ao vermelho (+); b* – Variação do azul (-) até ao amarelo (+)

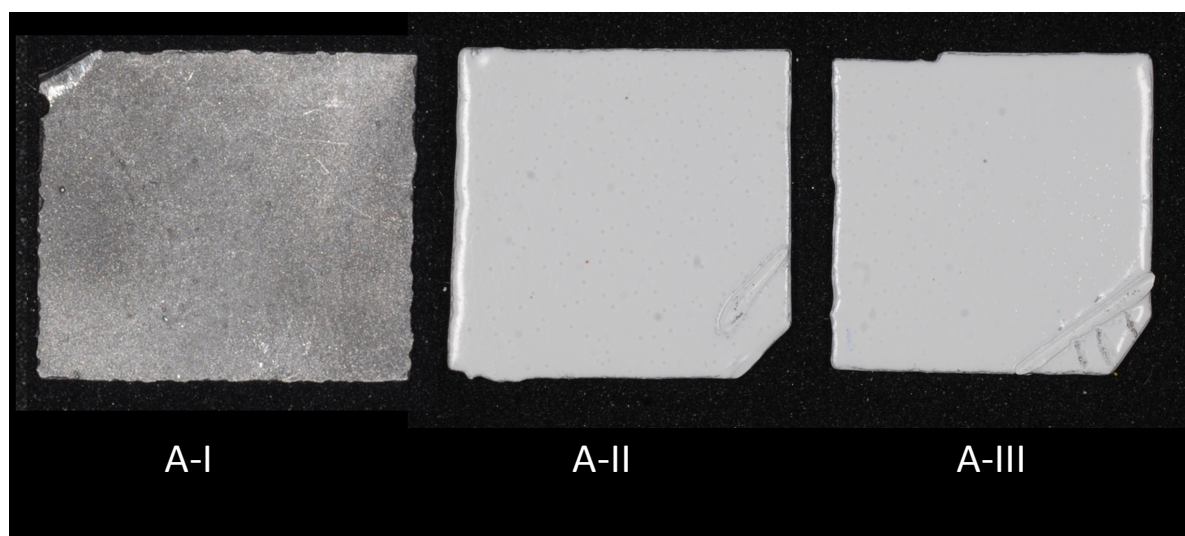


Figura 59 – Amostras não pintadas (grupo A-I), pintadas com a tinta Procoat (grupo A-II), pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento com termociclagem (grupo A-III)

No grupo das amostras pintadas, os valores médios de cor foram compatíveis com a cor bege/branco e RAL 9002, 9003, 9010 e 9016. Comparando as amostras pintadas com as amostras pintadas e com envelhecimento por termociclagem, os valores de L*a*b foram semelhantes. O grupo A-III obteve valores médios de:

- L* mais para o branco, com uma diferença pequena de 0.497;
- a* mais para o verde, com uma diferença ligeira de 0.008;
- b* mais para o amarelo, com uma diferença pequena de 0.313.

A análise estatística demonstrou que as distribuições dos resultados de espectrofotometria das amostras pintadas com tinta Procoat e pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem não eram normais e a amostra era pequena. Aplicaram-se testes não paramétricos de Mann-Whitney e verificou-se que há diferenças estatisticamente significativas no valor de L* ($p=0.011$) e no valor de b* ($p=0.001$). Não se verificaram diferenças significativas nos valores de a* ($p=0.796$).

3.3.4. Microscopia electrónica de varrimento (MEV)

A superfície das diversas amostras do tipo B observadas na base em microscopia electrónica de varrimento pode observar-se na Figura 60. Como referido anteriormente, as amostras não pintadas apresentaram uma superfície mais rugosa e irregular que as amostras pintadas e com saliências de metal. As amostras pintadas com a tinta Procoat apresentavam-se mais lisas que as não pintadas, e com a presença de saliências de tinta e metal.

As amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento (grupo B-II e B-III) apresentavam-se menos lisas que as amostras pintadas com a mesma tinta sem envelhecimento (grupo B-IV) com a presença de saliências de tinta e metal, assim como detritos inerentes aos testes. Nas amostras com envelhecimento por fadiga mecânica e termociclagem (grupo B-III) detetaram-se microfissuras e algumas áreas de descolamento da tinta (bossas), contrariamente às amostras apenas com envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-II).

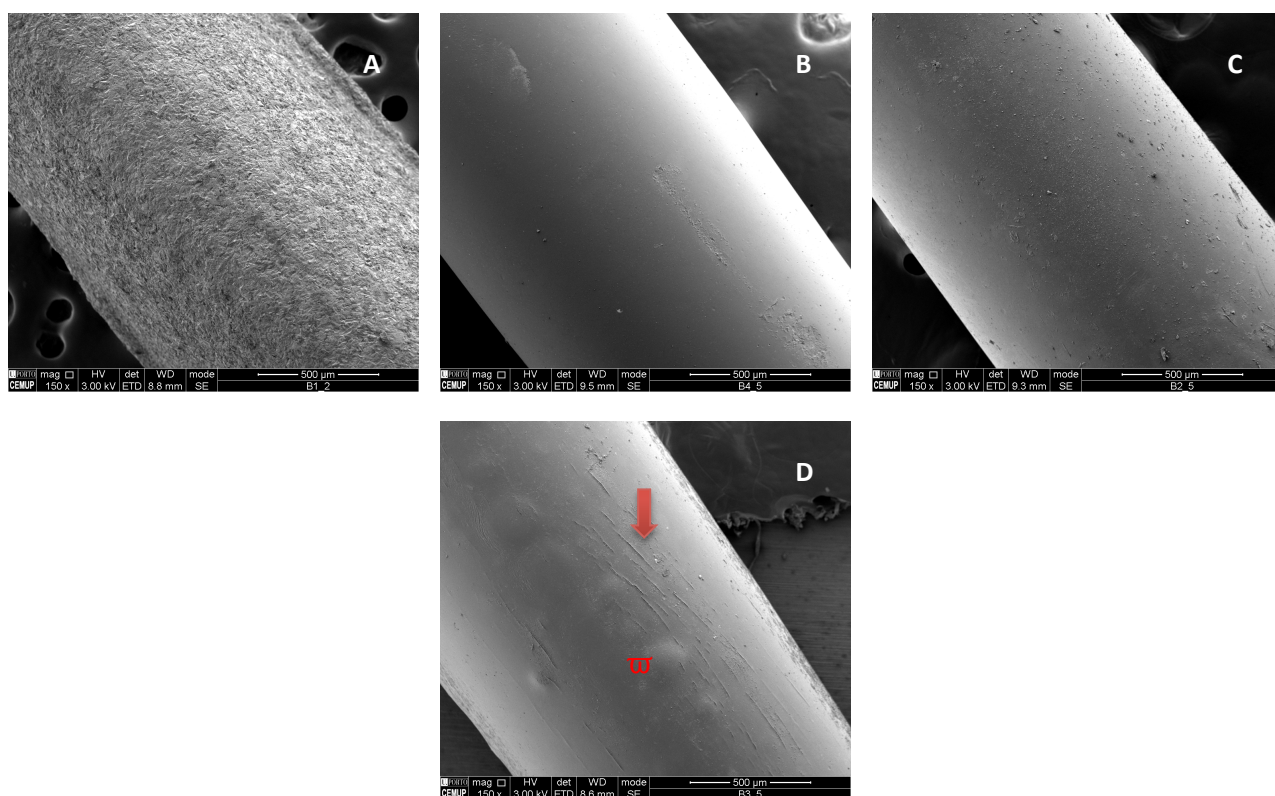


Figura 60 – Imagem de MEV de amostras tipo B na área da base, magnificação 150x; A – Sem pintura (grupo B-I); B – Com pintura Procoat (grupo B-IV); C – Com pintura Procoat e envelhecimento por fadiga mecânica (grupo B-II); D – Com pintura Procoat e envelhecimento por termociclagem e fadiga mecânica (grupo B-III); ↓ microfissuras; ▣ bossas

4. DISCUSSÃO

4. DISCUSSÃO

Nos vários sistemas de reabilitação oral, tanto removíveis como fixos, existe por vezes a necessidade de recobrir ou mascarar áreas metálicas expostas. Devido à maior resistência das ligas metálicas ou por falta de espessura para materiais mais estéticos, o recobrimento dos metais é muitas vezes uma imposição estética que condiciona o grau de satisfação dos pacientes.

4.1. Escolha das amostras e das tintas

Atualmente, os ganchos de uma PPR são dos componentes de reabilitação oral mais inestéticos e dos que apresentam maior exigência a nível de flexibilidade, pois estão sujeitos a grande desgaste e fadiga. Por estes fatores, decidiu-se simular e testar uma técnica de recobrimento em amostras que simulam ganchos. De forma a uniformizar as amostras B, utilizaram-se as ceras preformadas Rapid-flex (Degussa AG) que posteriormente foram fundidas. Nas amostras A usou-se umas ceras de colado lisas (Schmidt Line).

As tintas utilizadas eram poliésteres, híbridas (*epoxy* e poliésteres) e *epoxy*. Estas tintas contêm maioritariamente resinas da família das poliamidas, que consagram as características da tinta.¹⁹ Esta família destas resinas é a mesma que tem sido utilizada nas próteses flexíveis.¹³

Foi dada preferência à cor branca/bege pois os ganchos, maioritariamente, estão em contacto com superfície dentária.³ As tintas com pigmentos brancos têm maiores concentrações de dióxido de titânio (TiO₂), sendo a matéria-prima básica na formulação de outras cores, como pigmentos amarelos, azuis, laranja, vermelhos, violetas, pretos.¹⁹ Cores como vermelho, magenta e rosa poderão ter interesse clínico para mascarar outras superfícies metálicas do esqueleto protético que contactam com as mucosas orais (por exemplo, conectores maiores). As tintas conseguidas eram brancas ou bege, exceptuando a tinta Megaprimer que era cinzenta, todas concordantes com as informações dos fabricantes.

Consoante os valores obtidos nos controlos das amostras não pintadas (Tabela 3 – Materiais e Métodos), foi possível determinar a espessura média (1.13mm). Nas amostras pintadas (Tabela 5 – Resultados), como era de esperar, a média da espessura das amostras foi superior às anteriores com um valor de 1.19mm (dp: 0.08mm) – Figura 61. No entanto a desvio padrão das amostras não pintadas foi alto, 0.11mm, para se determinar a espessura média de cada tinta, visto se tratarem de amostras independentes. Apesar disto a diferença na espessura entre as amostras não pintadas e

pintadas foi de 0.06mm, valor estatisticamente significativo ($p=0.001$) quando aplicado um teste estatístico ANOVA.

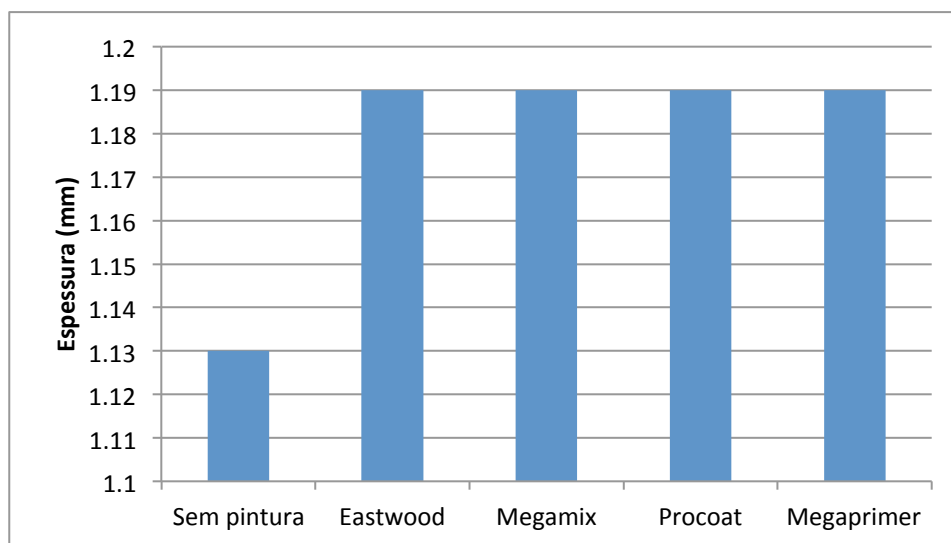


Figura 61 – Espessura média das superfícies de amostras do tipo A não pintadas e pintadas com as diferentes tintas (Eastwood, Megamix, Procoat e Megaprimer)

Numa análise preliminar de um estudo ainda a decorrer na FMDUP, observaram-se cortes perpendiculares de amostras pintadas tipo A em microscopia electrónica de varrimento (Figura 62). A espessura média calculada nas primeiras amostras observadas confirma o valor de espessura referido anteriormente, 0.06mm.

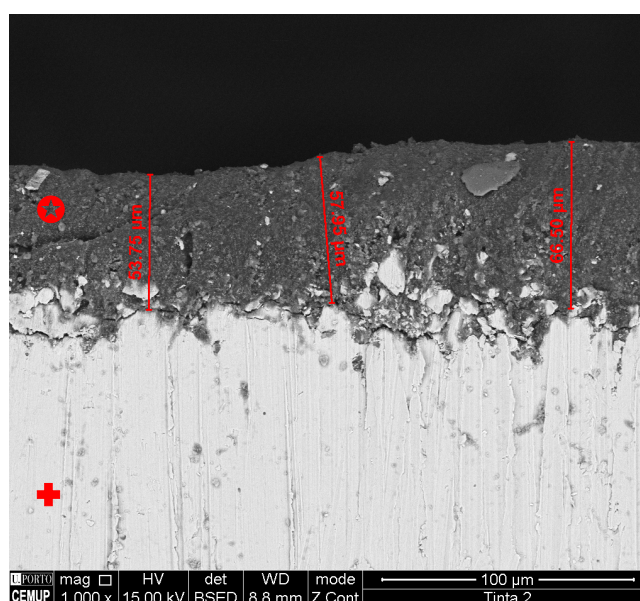


Figura 62 – Imagem de MEV de amostras tipo A em corte perpendicular, magnificação 1000x ⊕ –Tinta; + – Liga metálica

4.2. Rugosidade

A rugosidade de superfície é uma característica importante na avaliação de um material. Interfere diretamente com a estética (brilho, textura, cor, manchas), com a biologia (acumulação de placa bacteriana) e com a mecânica. A presença de fissuras, fendas, irregularidades (por exemplo, bolhas) e geometria descontinuada podem comprometer a resistência mecânica.³

A rugosidade crítica para adesão e retenção do microrganismos (Ra) é considerada de $0.2\mu\text{m}$.^{3,32,33} Nas amostras pintadas, a tinta Eastwood (média $0.1\mu\text{m}$) e a tinta Procoat (média $0.09\mu\text{m}$) não ultrapassam este valor, no entanto a tinta Megamix (média $0.25\mu\text{m}$) ultrapassa ligeiramente e a tinta Megaprimer ultrapassa muito este valor para uma média de $0.76\mu\text{m}$. A rugosidade de superfície (Ra e Rmax) apresentou diferenças entre todas as tintas ($p=0.001$), sendo a mais rugosa a tinta Megaprimer e a menos rugosa a tinta Procoat – Figura 63. As amostras não pintadas apresentaram valores de rugosidades maiores comparativamente às amostras pintadas ($p=0.001$, para Ra e Rmax). Todos os Rmax são superiores a $0.2\mu\text{m}$, sendo maior nas amostras não pintadas que nas pintadas.

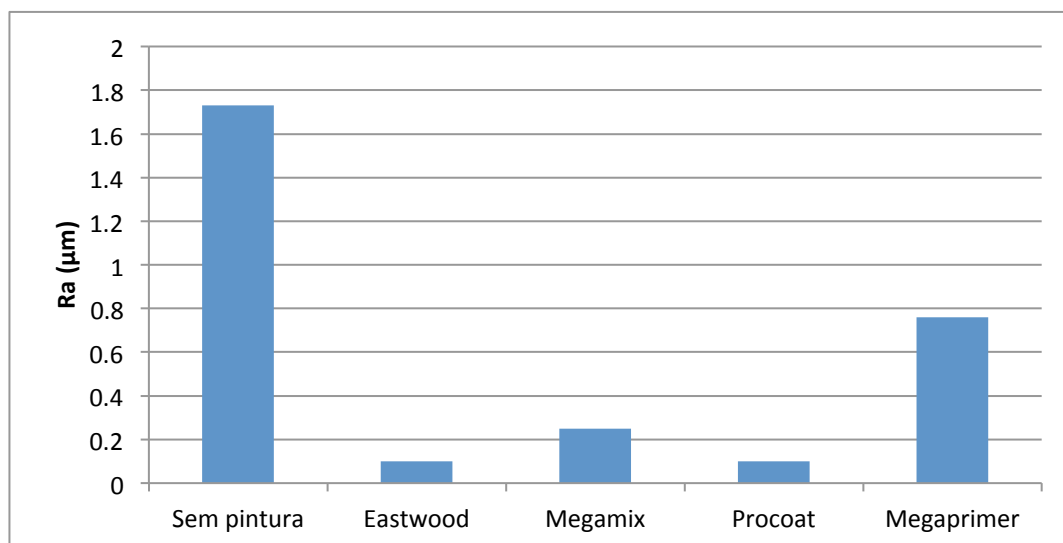


Figura 63 – Rugosidade (Ra) média das superfícies de amostras do tipo A não pintadas e pintadas com as diferentes tintas (Eastwood, Megamix, Procoat e Megaprimer)

O grupo das amostras não pintadas (grupo A-I) não foram polidas após o jateamento com óxido de alumínio, e por isso apresentaram um elevado valor de rugosidade. Os grupos das amostras pintadas (grupo A-II e A-III) representaram superfícies jateadas e pintadas, pelo que apresentaram

valores mais baixos de rugosidade. Assim, parece existir influência das tintas em pó na superfície jateada e sem polimento, diminuindo significativamente a sua rugosidade. Por outro lado, a superfície jateada e sem polimento influencia a pintura, pois promove uma superfície de contacto maior, com aumento da aderência entre os materiais.

As amostras pintadas com Procoat e envelhecidas por termociclagem (grupo A-III) apresentaram valores de rugosidade ligeiramente superiores aos das amostras pintadas com Procoat e sem envelhecimento (grupo A-II), facto que parece indicar para uma influência da termociclagem na rugosidade de superfície (Figura 64). No entanto, as diferenças entre os grupos não foram estatisticamente significativas (Ra: $p=0.07$; Rmax: $p=0.161$).

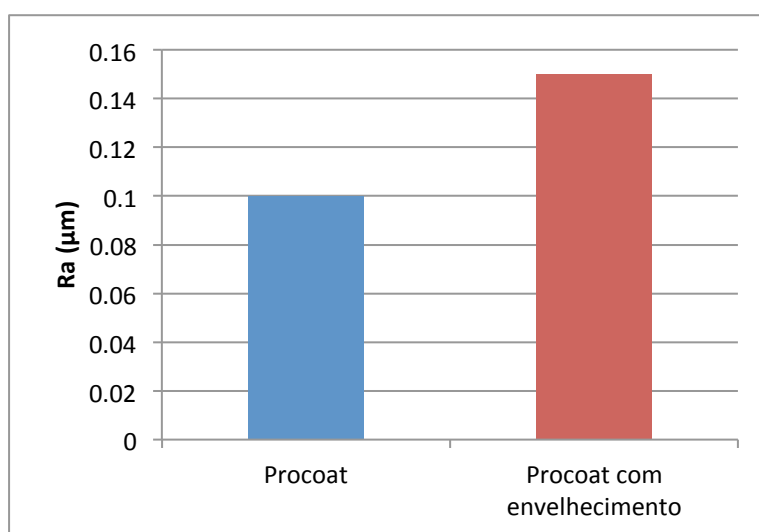


Figura 64 – Rugosidade (Ra) média das superfícies das amostras pintadas com Procoat (sem envelhecimento) e pintadas com Procoat e com envelhecimento.

4.3. Ângulo de contacto, tensão superficial e molhabilidade

A compreensão dos fenómenos que ocorrem na interface entre dois materiais continua a ser um assunto de interesse para a caracterização dos materiais. A tensão de superfície é a energia superficial livre dividida pela área de contacto onde a energia é aplicada.^{34,36,37} Nos líquidos, o cálculo da tensão superficial pode ser determinada diretamente, enquanto nos sólidos a tensão é determinada indiretamente, por exemplo, a partir do ângulo de contacto e um modelo matemático para a sua determinação.³⁴ A tensão de superfície dos sólidos tem uma grande importância em

todos os fenômenos que ocorrem nas interfaces com líquidos, como por exemplo a absorção, a adesão e a molhabilidade.^{34,36,37}

O ângulo de contacto define-se pelo ângulo formado entre a superfície do sólido e a tangente à superfície da gota de um líquido. Esta interação depende da magnitude relativa entre as forças moleculares, dentro do líquido (coesivas) e entre o sólido e o líquido (adesão). O ângulo pode variar entre 0° e 180°, sendo que estes limites implicam que a 0° o líquido estará espalhado por toda a superfície do sólido (totalmente molhável) e a 180° implicará ausência de molhabilidade e de interação.³⁴ O cálculo do ângulo de contacto pode ser feito por diversos métodos, mas o mais comum é o método óptico por gota sésil (estático ou dinâmico). Pode ser determinado utilizando um goniómetro, convencional ou avançado. Este último baseia-se na introdução de sistemas informáticos no processamento de imagens.³⁴

Estes fenômenos inserem-se na termodinâmica, que nasce com a equação de Young.³⁴ Nesta equação a tensão de superfície é descrita por um modelo trifásico onde se avalia a tensão do sólido, do líquido e do seu vapor, numa determinada linha (área de contacto).³⁴

$$\text{Equação de Young} - \gamma_{LV} \cdot \cos\theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL}$$

Esta equação pressupõe um sólido com uma superfície lisa e rígida, quimicamente homogênea e não reativa. Este é um obstáculo destes testes pois a maioria dos sólidos estudados não preenche este requisito. Quando a gota é depositada na superfície do sólido forma um ângulo que é considerado em equilíbrio com as três forças envolvidas: tensão sólido-líquido (SL), tensão sólido-vapor (SV) e tensão líquido-vapor (LV). A medição do ângulo de contacto pode ser influenciada por diversos fatores, como a temperatura, a saturação atmosférica do vapor, gravidade, tempo de medição e tamanho da gota.³⁴

Desde os anos 60, vários foram os métodos desenvolvidos para determinar de forma indireta a tensão de superfície a partir do ângulo de contacto. No presente estudo utilizou-se o método estático por gota sésil para determinar o ângulo de contacto recorrendo a um goniómetro avançado, e o método de Owens-Wendt-Rabel and Kaelble para determinar a tensão de superfície. Este método permite a obtenção da tensão superficial, componente dispersiva e componente polar através dos ângulos de contacto de três líquidos diferentes (água, glicerol e diiodometano) sobre o substrato a estudar. É o mais utilizado para se caracterizar superfícies de polímeros e com baixa energia.³⁴

Relativamente aos ângulos de contacto calculados, verificaram-se diferenças estatisticamente significativas para os três líquidos ($p=0.01$ – água e glicerol; $p=0.037$ – diiodometano) entre as amostras não pintadas e as amostras pintadas, assim como entre as quatro diferentes tintas ($p=0.001$), como se pode observar na Figura 65. A maior diferença é notada no líquido água, comparativamente ao ângulo de contacto com os restantes líquidos, que obtiveram valores mais próximos.

Os valores de tensão superficial obtidos através das médias dos ângulos de contacto dos três líquidos foram próximos entre as duas condições (amostras não pintadas e pintadas), embora superiores para as amostras não pintadas. Entre as amostras pintadas, a tensão superficial foi menor para a tinta Procoat, seguida da Eastwood, da Megaprimer e, por último, a Megamix (valor mais elevado). Em termos de componente polar, que representa a energia de interação da superfície com a água,³⁷ as amostras não pintadas apresentaram um valor superior ao das amostras pintadas. Comparativamente às diferentes tintas, esta componente foi maior na tinta Procoat, seguida da Megamix, da Eastwood e por fim da Megaprimer.

Em termos de molhabilidade, as amostras não pintadas e pintadas apresentaram ângulos de contacto para os três líquidos inferiores a 90°, sendo por isso consideradas molháveis para os três líquidos. O diiodometano foi o líquido com maior molhabilidade e o glicerol com menor molhabilidade. O ângulo de contacto com a água demonstra um comportamento hidrofílico em todas as amostras. As amostras pintadas são menos molháveis com água ou hidrofílicas que as amostras não pintadas. Na sua maioria, as amostras pintadas têm um menor valor de molhabilidade para a água e o diiodometano, mas um maior valor de molhabilidade para o glicerol comparativamente às amostras não pintadas.

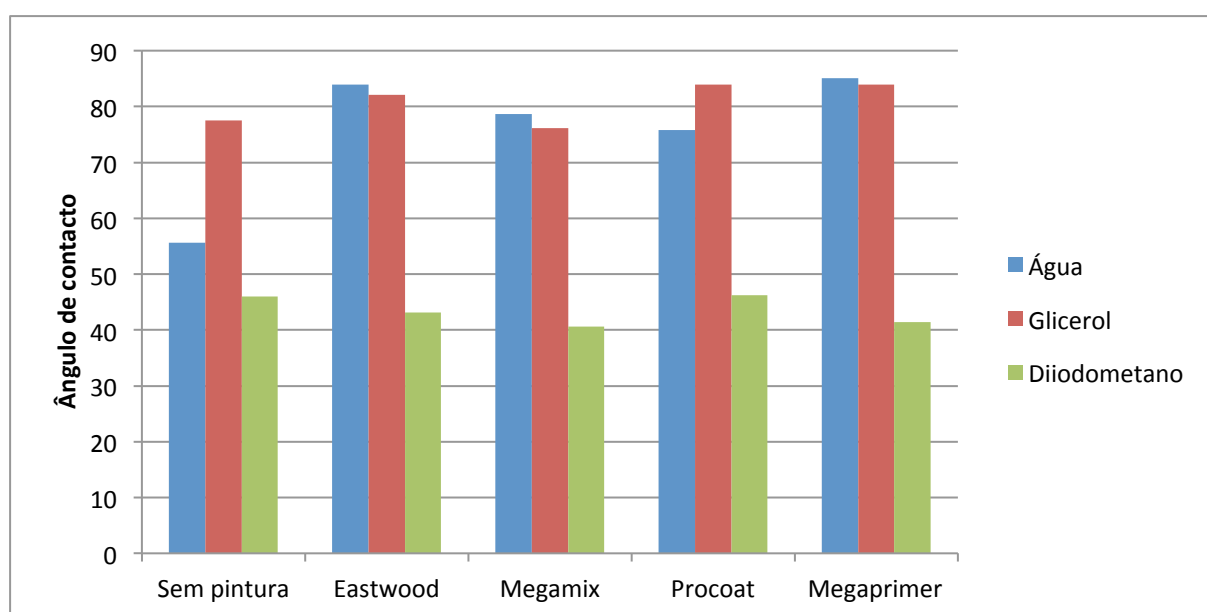


Figura 65 – Média dos ângulos de contacto dos três líquidos (água, glicerol, diiodometano) sob superfícies não pintadas e pintadas com as diferentes tintas (Eastwood, Megamix, Procoat e Megaprimer)

Não se efetuaram novos testes de ângulo de contacto, tensão superficial e molhabilidade em amostras com envelhecimento, pois não se esperaria encontrar diferenças relevantes.

4.4. Espectrofotometria

A cor é um fator determinante em reabilitação oral. Apesar de fisiologicamente não ser preponderante, pode ser decisivo para a aceitação e satisfação do paciente.⁴⁰ A estabilidade da cor ao longo do tempo é um fator importante no sucesso de uma reabilitação e a sua alteração ou degradação pode indicar a deterioração do material.

A percepção da cor pelos seres humanos envolve o espectro de luz visível, abrangendo comprimentos de onda entre 380nm e 780nm. A luz estimula três tipos de receptores da retina do olho, que através do nervo ótico comunicam com o cérebro. Posto isto, não é de admirar que a cor possa ser determinada segundo três parâmetros, e classificada numa equação com 3 variáveis. Munsell foi o primeiro a classificar a cor segundo um sistema com três variáveis: X, Y e Z. A *Comission Internationale de l'Eclairage* (CIE) classificou essas variáveis como L, a e b, respetivamente.⁴¹ Estas três medidas expressam a variação da luminosidade: L* desde o preto (0) até o branco (100), a* do verde (-) ao vermelho (+) e b* do azul (-) até o amarelo (+).⁴¹

Nas amostras não pintadas os valores obtidos foram compatíveis com a cor cinzenta, assim como nas amostras pintadas com a tinta Megaprimer. Nas amostras pintadas com a tinta Eastwood, Megamix e Procoat, os valores obtidos foram compatíveis com as cores branco e bege. Os valores obtidos de cor das tintas Eastwood e Procoat foram os mesmos. Todos os valores encontrados foram compatíveis com as informações fornecidas pelos fabricantes e não parecem ser afetadas pelo substrato metálico das amostras, como é observado na Figura 66.

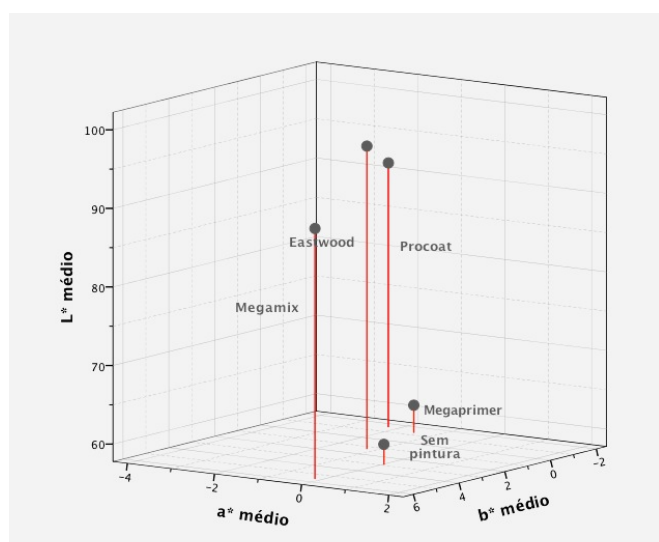


Figura 66 – Média das coordenadas de cor (CIE L*a*b*) obtidas nas superfícies não pintadas e pintadas com as diferentes tintas (Eastwood, Megamix, Procoat e Megaprimer)

Nas amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem, os valores obtidos para a cor mostram uma ligeira alteração nas variáveis L^* ($p=0.011$) e b^* ($p=0.001$) quando comparadas com amostras sujeitas a termociclagem. Na variável a^* esta alteração foi reduzida e não teve significado estatístico ($p=0.796$) – Figura 67. Estas alterações não condicionaram uma mudança de cor na escala RAL. No entanto observaram-se visualmente manchas um pouco amareladas, que podem justificar as diferenças que tendem mais para o amarelo e para o preto. Estas ligeiras alterações, estão de acordo com um dos problemas teóricos das tintas *epoxy*, que terão menor resistência ao intemperismo (exposição a raios ultravioletas) e amarelecimento.¹⁴ Refira-se que o envelhecimento por termociclagem, apesar de ser feito em laboratório, não é totalmente protegido dos raios ultravioletas. É possível que o aumento da percentagem de tinta poliéster possa resolver o problema detetado, mas mais estudos devem ser efetuados.

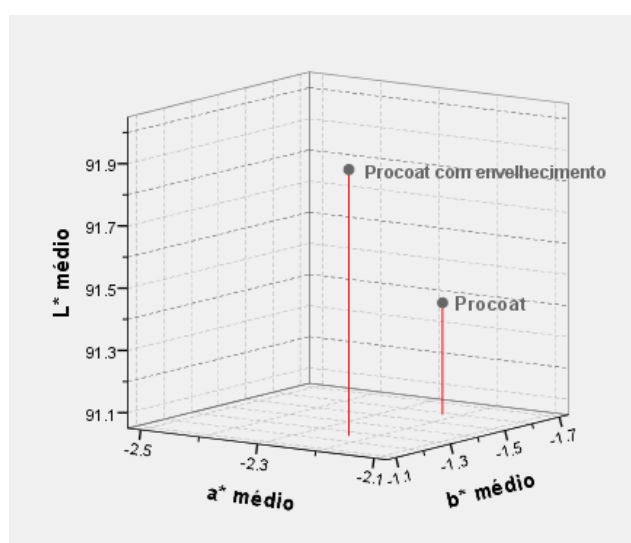


Figura 67 – Média das coordenadas de cor (CIE $L^*a^*b^*$) obtidas nas superfícies pintadas com Procoat e pintadas com Procoat e com envelhecimento

4.5. Envelhecimento

Devido às características semelhantes das tintas, o envelhecimento por termociclagem e por fadiga mecânica, apenas foi testado com a tinta Procoat. Esta tinta é híbrida e potencialmente tem, contrariamente às outras, propriedades antimicrobianas, pelo que poderia ser recomendável para uso na cavidade oral. Teoricamente, apresenta uma maior estabilidade de cor e menor resistência mecânica do que as tintas *epoxy*.¹⁹ De referir, que a pintura destas foi apenas feita na face

arredondada (secção meia-redonda) das amostras tipo B, deixando a face lisa sem recobrimento, facto que poderá diminuir as características físicas desta adesão. A face lisa é a face que contacta com a superfície dentária, pelo que o seu recobrimento ou aumento de espessura não é desejável.

4.5.1. Termociclagem

A termociclagem ou fadiga térmica, é um método de envelhecimento válido e o mais utilizado na avaliação de materiais dentários.²⁸⁻³⁰ Apesar disso, há controvérsia nos parâmetros utilizados (número de ciclos, temperatura, intervalos de tempo) e uma difícil integração com o tempo que este teste simula.²⁸ Falta de um protocolo padronizado e confiável que determine os parâmetros que devem ser usados, estabelecendo uma relação temporal.

O protocolo utilizado neste estudo foi o estabelecido pela *International Standards Organization* (ISO), em 1994, denominado de ISO TR 11405, apenas com a alteração do número de ciclos de 500 para 1000. Muitos autores afirmam que 500 ciclos é um número limitado para as simulações que se pretendem, tendo sido proposto o aumento destes ciclos e várias estabelecidas relações entre o tempo de simulação e o número de ciclos.²⁸ Alguns estudos defendem que 1000 ciclos simulam aproximadamente 1 ano de alterações térmicas na cavidade oral.^{3,28-30}

A temperatura média da boca é de 37°C, no entanto a amplitude térmica e a dinâmica que a cavidade oral é exposta é muito grande. Segundo Merepi et al, os alimentos podem ser ingeridos a temperaturas que podem variar entre 0° a 100°C.²⁸

O potencial térmico de uma amostra metálica depende da massa aplicada.²⁸ Para que este potencial não influenciasse em demasia as soluções a 5°C e 55°C, a termociclagem não foi feita com as amostras todas num só tempo. Por isso, as amostras foram divididas em dois grupos (um grupo de vinte e cinco amostras do grupo A-III, e um grupo com dez amostras do grupo B-III e cinco amostras do grupo A-III). Minimizaram-se assim os efeitos de evaporação da água das soluções, o que poderia levar ao aumento da concentração da solução. No entanto, ocorreu evaporação devido às condições ambientais do laboratório e do teste, condição que foi sendo compensada pela reposição da solução.

Outro fator a ter em conta é o coeficiente expansão linear térmica de cada um dos componentes (liga metálica e tinta) que sendo diferentes podem provocar alterações de superfície. As ligas de cromo-cobalto apresentam um valor médio de $5.4-6.9 \times 10^{-6}/F$ e as tintas *epoxy* um valor médio de $31.0 \times 10^{-6}/F$.²

Os resultados obtidos na fadiga térmica estão de acordo com os verificados no artigo de *Nascimento et al.*² publicado em 2012. Quer nesta investigação, quer no referido estudo, não foram

detetadas fissuras nem descolamentos de tinta. Apesar das diferenças nos coeficientes de expansão linear térmica, as temperaturas expostas não foram suficientes para que se observassem diferenças físicas e estruturais.

No entanto, nas amostras do presente estudo, foram detetadas visualmente manchas na superfície e algumas áreas com microfissuras, visíveis apenas em MEV (1000x). Estas diferenças podem ser explicadas pela utilização de soluções diferentes, embora não seja referida no artigo mencionado. A saliva artificial utilizada (*Fusayama*) é ácida, pelo que se pode esperar um maior poder de reação química.²⁹ Também há outras diferenças de protocolo, como as marcas de tintas e ligas utilizadas.

Ambos os resultados obtidos na avaliação da cor e da rugosidade, das amostras pintadas com a tinta Procoat, sugerem modificações na superfície após envelhecimento (termociclagem).

4.5.2. Fadiga mecânica

A fadiga mecânica foi efetuada com 7250 ciclos, que simulam um uso estimado de cinco anos.^{2,23} Este número de ciclos baseia-se na hipótese de colocar e retirar a prótese quatro vezes por dia.²³ A liga nunca fraturou, sendo congruente com outro estudo que demonstrou que a fadiga da liga resultante em fratura apenas se verificava após 25000 ciclos.⁹

Ao utilizar-se um comprimento do gancho de 1.3cm, o deslocamento foi de 1.3mm. A força para deslocar dez amostras em cerca de 1.3mm foi de 135N. Este protocolo está de acordo com outros usados em diferentes estudos.^{9,8} A área observada das amostras tipo B abrange o comprimento utilizado neste teste de fadiga, dividida em base, meio e ponta. Esta divisão tem em conta o decréscimo de tensão esperado, desde a base até a ponta.⁶

Os resultados mostraram ausência de fraturas e fendas, fissuras ou descolamento da tinta para as amostras pintadas com a tinta Procoat e sem envelhecimento por termociclagem (grupo B-I e B-II). Como referido, apenas se observou uma ligeira deformação na liga, acompanhada pelo recobrimento. No entanto nas amostras pintadas com a tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo B-III), foram detetadas microfissuras, visíveis em MEV com ampliação de 150x, que eram maiores e mais abundantes nas bases das amostras, reduzindo a sua frequência e intensidade com a aproximação à ponta da amostra.

Visto que nas amostras pintadas com tinta Procoat e com envelhecimento por termociclagem (grupo A-III) se observaram microfissuras em algumas áreas pondera-se que a termociclagem possa ter influenciado a superfície destas amostras. Apesar destas microfissuras serem muito reduzidas e esporádicas nas amostras A-III, nas amostras B-III observaram-se microfissuras de maiores

dimensões e por toda a amostra. Apesar da fadiga mecânica, por si só, parecer não provocar alterações da superfície, a fadiga mecânica em amostras com envelhecimento por termociclagem parece intensificar estas microfissuras e provocar áreas de descolamento de tinta (bossas). Estas bossas observadas podem ser explicadas pelos ciclos de aquecimento e arrefecimento do material, implicando expansão alternada com contração, o que poderá favorecer o descolamento da tinta e o aparecimento de microfissuras. O aparecimento de microfissuras, por outro lado, pode permitir a penetração da solução utilizada durante a termociclagem, entre a tinta e o substrato metálico, podendo provocar e intensificar as falhas de adesão entre os dois materiais.

Apesar destes resultados em amostras com envelhecimento por termociclagem, não foram detetadas fraturas, nem fendas demonstrando a boa adesão e flexibilidade destas duas matérias.

4.6. Citocompatibilidade

Para a avaliação da biocompatibilidade de um material que vise o contacto com tecidos biológicos, os estudos iniciais são geralmente realizados *in-vitro*, recorrendo a metodologias de culturas celulares.⁴³ São geralmente realizadas análises de adesão, proliferação e diferenciação celular, sendo avaliados diversos parâmetros da atividade funcional das populações celulares (e.g. resposta ao stress oxidativo, expressão de citocinas inflamatórias, síntese proteica, entre outros).^{24,25} Segundo a literatura, alguns monómeros presentes nas tintas em pó podem induzir alergias de contacto em algumas pessoas.^{3,13,44}

Neste estudo, a avaliação inicial da biocompatibilidade foi efectuada recorrendo a culturas celulares de uma linha de fibroblastos humanos. As células proliferaram adequadamente nas diversas superfícies avaliadas, e a proliferação aumentou ao longo do tempo. Em termos comparativos, a proliferação foi inferior nas amostras não pintadas e pintadas com a tinta Eastwood, e superior nas amostras pintadas com as tintas Megamix, Procoat e Megaprimer, com resultados estatisticamente significativos. Simultaneamente, a avaliação da morfologia celular realizada por MEV, permitiu distinguir uma morfologia mais alongada, bem como a presença de prolongamentos citoplasmáticos mais extensos nas amostras pintadas com as tintas Megamix, Procoat e Megaprimer. A avaliação da atividade funcional foi realizada pela análise da expressão do gene FSP1, tendo-se verificado uma expressão elevada em todas as amostras pintadas e não pintadas. Comparativamente, verificou-se uma expressão significativamente superior nas amostras pintadas com as tintas Megamix, Procoat e Megaprimer, comparativamente com as amostras não pintadas.

Os testes efetuados demonstraram que as quatro tintas mostraram um comportamento adequado, permitindo a proliferação e diferenciação das células fibroblásticas. A proliferação e a

viabilidade celular não foi inibida pela presença das tintas, verificando-se inclusivamente um aumento dos valores de redução do MTT nas amostras pintadas. Pode considerar-se que as modificações de superfície introduzidas pelas tintas, nomeadamente pelas tintas Megamix, Procoat e Megaprimer, induziram um conjunto de alterações que favorecem a adesão, proliferação e diferenciação das células fibroblásticas.

A pintura reduz a rugosidade de superfície das amostras e pode contribuir para a criação de uma topografia mais favorável para a adesão e proliferação celulares.⁴⁵ Adicionalmente, verificou-se um aumento do ângulo de contacto com a água, nas superfícies pintadas, mantendo-se, no entanto as características hidrofílicas da superfície das amostras. Estas variações poderão também contribuir para o desempenho biológico mais favorável das amostras pintadas, uma vez a adesão celular parece estar aumentada nas superfícies moderadamente hidrofílicas, com um ângulo de contacto com a água, próximo dos 70 °.⁴⁶ De facto, Hallab et al. demonstraram que a energia de superfície parece ser uma característica determinante na adesão e proliferação celular, e que as suas componentes estão relacionadas com a força de adesão celular.³⁶ A influência da componente polar na adesão fibroblástica foi previamente demonstrada. Neste trabalho, apesar de não se verificarem grandes diferenças na energia de superfície, verifica-se uma redução significativa da componente polar nas amostras pintadas, alteração que poderá determinar o melhor desempenho biológico por parte destas amostras.

Relativamente às amostras submetidas ao processo de envelhecimento, e comparativamente às amostras não envelhecidas, verificou-se uma melhoria do seu desempenho biológico. Tal facto poderá estar relacionado com a ocorrência do fenómeno de lixiviação, durante a termociclagem.³¹ Este processo pode levar à absorção de água por um processo de difusão, causando a lixiviação de componentes da tinta que poderiam ter um efeito menos benéfico, no que respeita à resposta biológica. Este comportamento está descrito para diversos materiais.^{31,32} Após a sua remoção durante o envelhecimento realizado por termociclagem, a superfície da amostra pintada torna-se mais favorável à adesão e proliferação celulares.

4.7. Considerações finais

Nesta investigação caracterizou-se a superfície (rugosidade, análise de cor, ângulo de contacto, tensão superficial, molhabilidade) de uma liga de cromo-cobalto pintada com diferentes tintas em pó industriais e testou-se a biocompatibilidade, por citocompatibilidade em culturas de fibroblastos. Estudou-se, também, o comportamento biomecânico de uma tinta híbrida (Procoat) com recurso a métodos de envelhecimento mecânico (fadiga mecânica) e químico/térmico (termociclagem), com análise da superfície e da citocompatibilidade. Apesar dos resultados

promissores mais estudos são necessários para que a técnica de recobrimento possa ser clinicamente testada.

São necessários outros e mais aprofundados estudos de biocompatibilidade deste tipo de tintas em pó quer *in-vitro* (como análises histológicas, de libertação de iões, de absorção proteica, entre outros), quer *in-vivo*. Relativamente às condições de experimentação, podem ser realizadas simulações maiores de fadiga térmica e mecânica aumentando o número de ciclos, efetuar fadiga mecânica e química ao mesmo tempo, utilizar diferentes soluções na fadiga química e analisar quimicamente a solução após a fadiga, entre outros. Para além destes aspetos, podem ainda ser testadas diferentes cores, ligas e tratamentos de superfície. A técnica de pintura deve também ser avaliada com vista a determinar qual a espessura de tinta mínima, máxima e ideal, para o propósito de recobrimento de prótese parcial removível.

5. CONCLUSÃO

5. CONCLUSÃO

As tintas resinosas em pó industriais (*epoxy*, poliésteres e híbridas) foram aplicadas com êxito sobre uma liga de cromo-cobalto, melhorando a sua estética e, genericamente, as suas características de superfície. No entanto, no que se refere à sua aplicação, alguns aspetos devem ser melhorados, especificamente a pintura de áreas metálicas mais finas e o sulco provocado pelo fio condutor.

A média da rugosidade das superfícies não pintadas foi superior ao valor mínimo referenciado para a adesão bacteriana ($Ra < 0.2 \mu m$) e à das superfícies pintadas ($p < 0.05$). Entre as amostras pintadas, e tendo como referência aquele valor para a adesão microbiana, as tintas Eastwood e Procoat obtiveram resultados inferiores, e as tintas Megamix e Megaprimer obtiveram resultados superiores, embora a última apresente um valor mais distante ($p < 0.05$).

A análise de cor demonstrou conciliabilidade com a cor descrita pelo fabricante e revelou mascarar a cor da liga metálica, objetivo primordial do recobrimento estético.

O ângulo de contacto denotou que as propriedades de molhabilidade das superfícies pintadas são inferiores às superfícies não pintadas ($p < 0.05$), o que poderá indicar um menor potencial para a adesão bacteriana e de detritos alimentares. As superfícies pintadas mostraram um comportamento menos hidrofílico e uma componente polar menor que as superfícies não pintadas. Apesar disto, a tensão superficial foi semelhante entre as superfícies.

As superfícies pintadas com estudos de citocompatibilidade, através de culturas de fibroblastos mostraram bons e melhores resultados, comparativamente à superfície da liga sem pintura. As tintas Megamix, Procoat e Megaprimer, induziram um conjunto de alterações ($p < 0.05$) que favorecem a adesão, proliferação e diferenciação das células fibroblásticas. Estes resultados para as amostras pintadas, em conjunto com os de rugosidade e molhabilidade, poderão ser mais favoráveis para as condições da cavidade oral do que os resultados obtidos para as amostras sem pintura.

O envelhecimento por termociclagem com saliva artificial em amostras pintadas com uma tinta híbrida (Procoat) teve alguma influência na superfície, aumentando ligeiramente a rugosidade ($p < 0.05$) e modificando ligeiramente a cor nas variáveis L^* e b^* na escala CIE Lab ($p < 0.05$). Esta modificação de cor na escala CIE Lab, não implicou alteração da cor em RAL. Em microscopia electrónica de varrimento foram observadas microfissuras pontuais nas amostras pintadas com a tinta (Procoat) após termociclagem. Estas microfissuras intensificaram-se após fadiga mecânica, com o aparecimento também de bossas, em especial nas áreas de maior tensão. Tanto a fadiga mecânica como a termociclagem não provocaram fendas nem fraturas, demonstrando a boa adesão entre esta tinta e a liga de cromo-cobalto. Depois do envelhecimento por termociclagem, os

testes de citocompatibilidade revelaram melhores resultados quando comparados com as amostras sem envelhecimento.

Sumariamente, o recobrimento de uma liga de cromo-cobalto jateada com óxido de alumínio com recurso a tintas resinosas em pó, parece ser uma técnica viável para mascarar o brilho da estrutura metálica de uma prótese parcial removível. Os processos de envelhecimento aplicados não parecem alterar significativamente a biocompatibilidade da tinta avaliada (Procoat), embora o comportamento biomecânico pareça ser ligeiramente alterado. Mais estudos devem ser feitos com diferentes testes, tintas e envelhecimentos superiores.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

1. The Glossary of Prosthodontic Terms. J Prosthet Dent, 2005; 94(1):10-92.
2. Cheng H, Xu M, Zhang H, Wu W, Zheng M, Li X. Cyclic fatigue properties of cobalt-chromium alloy clasps for partial removable dental prostheses. J Prosthet Dent, 2010; 104(6):389-96.
3. Nascimento AC, Muzilli CA, Miranda ME, Flório FM, Basting RT. Evaluation of roughness and micromorphology of epoxy paint on cobalt-chromium alloy before and after thermal cycling. Braz Oral Res, 2013;27(2):176-82.
4. Biomechanics of Removable Partial Dentures In: McCracken's Removable Partial Prosthodontics. St. Louis: Elsevier Mosby. 11ed; 2005:25-33
5. Davenport JC, Basker RM, Heath JR, Ralph JP, Glantz PO, Hammond P. A Clinical Guide to Removable Partial Dentures Design. BDA, London; 2000
6. Sandu L, Faur N, Bortun C. Finite element stress analysis and fatigue behavior of cast circumferential clasps. J Prosthet Dent, 2007; 97(1):39-44
7. Pienkos TE, Morris WJ, Gronet PM, Cameron SM, Looney SW. The strength of multiple major connector designs under simulated functional loading. J Prosthet Dent, 2007; 97(5):299-304
8. Walter RD, Brudvik JS, Raigrodski AJ, Mancl LA, Chung KH. A comparison of the rigidity of five mandibular major connectors for partial removable dental prostheses via load deflection. J Prosthet Dent, 2010; 104(3):182-90.
9. Vallittu PK, Kokkonen M. Deflection fatigue of cobalt-chromium, titanium, and gold alloy cast denture clasp. J Prosthet Dent, 1995; 74(4):412-9
10. Kim D, Park C, Yi Y, Cho L. Comparison of cast Ti-Ni alloy clasp retention with conventional removable partial denture clasps. J Prosthet Dent, 2004; 91(4):374-82.
11. De Rossi A, Albuquerque RF Jr, Bezzon OL. Esthetic options for the fabrication of removable partial dentures: a clinical report. J Prosthet Dent, 2001; 86(5):465-7.
12. Arda T, Arikan A. An in vitro comparison of retentive force and deformation of acetal resin and cobalt-chromium clasps. J Prosthet Dent, 2005; 94(3):267-74
13. Singh K, Aeran H, Kumar N, Gupta N. Flexible thermoplastic denture base materials for aesthetical removable parcial framework. Journal of Clinical and Diagnostic Research, 2013; 7(10):2372-3
14. Parra DF, Mercuri LP, Matos JR, Brito HF, Romano RR. Thermal behavior of the epoxy and polyester powder coatings using thermogravimetry/differential thermal analysis coupled gas chromatography/mass spectrometry (TG/DTA-GC/MS) technique: identification of the degradation products. Thermochimica Acta, 2002; 386:143-51
15. Barletta M, Lusvarghi L, Pighetti Mantini F, Rubino G. Epoxy-based thermosetting powder coatings: Surface appearance, scratch adhesion and wear resistance. Surface & Coatings Technology, 2007; 201:7479-504.
16. Mafi R, Mirabedini SM, Attar MM, Moradian S. Cure characterization of epoxy and polyester clear powder coatings using Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA). Progress in Organic Coatings, 2005; 54:164-9

17. Mirabedini SM, Kiamanesh A. The effect of micro and nano-sized particles on mechanical and adhesion properties of a clear polyester powder coating. *Progress in Organic Coatings*, 2013; 76:1625–32
18. Barletta M, Gisario A, Trovalusci F, Vesco S. Visual appearance and scratch resistance of high performance thermoset and thermoplastic powder coatings. *Progress in Organic Coatings*, 2013; 76:244–56
19. Tintas Weg – Silva S. Pintura industrial em pó – Desenvolvimento tecnológico nº13 -[text on the internet] [Brazil: publisher unknown]; Jan, 2009. Available from: <http://ecatalog.weg.net/files/wegnet/WEG-apostila-curso-dt-13-pintura-industrial-com-tintas-em-po-treinamento-portugues-br.pdf>
20. Mafi S, Mirabedini SM, Naderi R, Attar MM. Effect of curing characterization on the corrosion performance of polyester and polyester/epoxy powder coatings. *Corrosion Science*, 2008; 50:3280–6
21. Morancho JM, Salla JM, Ramis X, Cadenato A. Comparative study of the degradation kinetics of three powder thermoset coatings. *Thermochimica Acta*, 2004; 419:181–7.
22. Kalae M, Akhlaghi S, Nouri A, Mazinani S, Mortezaei M, Afshari M, Mostafanezhad D, et al. Effect of nano-sized calcium carbonate on cure kinetics and properties of polyester/epoxy blend powder coatings. *Progress in Organic Coatings*, 2011; 71:173–80
23. The Sherwin-Williams Company. Epoxy coatings guide: a complete guide of epoxy coatings for industrial and marine applications [text on the internet]. [place unknown: publisher unknown]; 2008 [cited 2012 Sep 10]. Available from: <http://protective.sherwin-williams.com/pdf/Epoxy%20Coatings%20Guide.pdf>
24. Schmalz G. Concepts in biocompatibility testing of dental restorative materials. *Clin Oral Invest*, 1997;1:154–62.
25. Holzapfel BM, Reichert JC, Schantz JT, Gbureck U, Rackwitz L, et al. How smart do biomaterials need to be? A translational science and clinical point of view. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2013; 65:581-603
26. Gomes PS, Santos JD, Fernandes MH. Cell-induced response by tetracyclines on human bone marrow colonized hydroxyapatite and Bonelike. *Acta biomaterialia*, 2008;4:630-7
27. Amaral M, Dias AG, Gomes PS, Lopes MA, Silva RF, et al. Nanocrystalline diamond: In vitro biocompatibility assessment by MG63 and human bone marrow cells cultures. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2007. 87A(1):91-9
28. Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, Monaco A. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater* 2014;29:295-308
29. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27(2):89-99
30. Wu JC, Latta Jr GH, Wicks RA, Swords RL, Scarbecz M. In vitro deformation of acetyl resin and metal alloy removable partial denture direct retainers. *J Prosthet Dent* 2003;90(6):586-90

31. Park SK, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Changes in properties of short-term-use soft liners after thermocycling. *Journal of Oral Rehabilitation*, 2004; 31(7):717–24
32. Silva CS, Machado AL, Chaves CAL, Pavarina AC, Vergani CE. Effect of thermal cycling on denture base and autopolymerizing relined resins. *J Appl Oral Sci*, 2013; 21(3):219-24
33. Rodrigues RC, Ribeiro RF, de Mattos Mda G, Bezzon OL. Comparative study of circumferential clasp retention force for titanium and cobalt-chromium removable partial dentures. *J Prosthet Dent*, 2002; 88(3):290-6
34. Crawford RJ, Webb HK, Truong VK, Hasan J, Ivanova EP. Surface topographical influencing bacterial attachment. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2012; 142–49
35. Yeo IS, Kim HY, Lim KS, Han JS. Implant surface factors and bacterial adhesion: a review of the literature. *Int J Artif Organs*, 2012;35(10):762-72
36. Hallab N, Bundy K, O'Connor K, Moses RL, Jacobs JJ. Evaluation of metallic and polymeric biomaterial surface energy and surface roughness characteristics for directed cell adhesion. *Tissue Eng*, 2001; 71:55–71
37. Hallab N, Bundy K, O'Connor K, Clark R, Moses R. Cell adhesion to biomaterials: correlations between surface charge, surface roughness, adsorbed protein and cell morphology. *J. Long-Term Eff. Med. Implants*, 1995; 53:209–31
38. Karbowiak T, Debeaufort F, Voilley A. Importance of surface tension characterization for food, pharmaceutical and packaging products: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2006; 46(5):391-407
39. Chu SJ, Trushkowsky RD, Pavarina RD. Dental color matching instruments and systems. Review of clinical and research aspects. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2012; 38(2):179-82
40. Bhat V, Prasad DK, Sood S, Bhat A. Role of colors in prosthodontics: Application of color science in restorative dentistry. *Indian J Dent Res*, 2011; 22(6):804-9
41. Johnston WM. Color measurement in dentistry. *J Dent*, 2009; 37(1):e2-6
42. Kadowaki NT, Martinez GAS, Robin A. Electrochemical behavior of three cp titanium dental implants in artificial saliva. *Materials Research*, 2009; 12(3):363-66
43. Van Kooten TG, Klein CL, Kohler H, Kirkpatrick CJ, Williams DF, Eloy R. From cytotoxicity to biocompatibility testing in vitro: cell adhesion molecule expression defines a new set of parameters. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 1997; 8(12):835-41
44. Romyhr O, Nyfors A, Leira HL, Smedbold H. Allergic contact dermatitis caused by epoxy resin systems in industrial painters. *Contact Dermatitis*, 2006; 55:167–72
45. Chou L, Firth JD, Uitto VJ and Brunette DM. Substratum surface topography alters cell shape and regulates fibronectin mRNA level, mRNA stability, secretion and assembly in human fibroblasts. *J Cell Sci*, 1995; 108:1563-1573
46. Tamada Y, Ikada Y. Cell adhesion to plasma-treated polymer surfaces. *Polymer*, 1993 34:2208–12